



Universidade de Aveiro
2021

Flávio Miguel Fonte
Santa Rocha

Estudo tribológico do PEEK via microscopia
digital



**Flávio Miguel Fonte
Santa Rocha**

Estudo tribológico do PEEK via microscopia digital

Dissertação apresentada à Universidade de Aveiro para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Mestrado em Engenharia Mecânica, realizada sob orientação científica de Prof. Doutor João Paulo Davim Tavares da Silva, Professor Catedrático do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade de Aveiro, e de Doutora Ana Lucia Horovistiz, Investigadora do Instituto de Sistemas e Robótica do Departamento de Engenharia Electrotécnica e de Computadores da Universidade de Coimbra.

Apoio financeiro: Projeto No. 031556-FCT/02/SAICT/2017; “FAMASI-Fabrico por maquinagem sustentável e inteligente”, financiado pela Fundação para a ciência e a Tecnologia (FCT), POCI, Portugal, no âmbito do TEMA, Centro de Tecnologia Mecânica e Automação – UID/SEM/00481/2013.

O júri / The jury

Presidente / President

Doutora Isabel Maria Alexandrino Duarte

Investigadora Auxiliar da Universidade de Aveiro

Doutora Ana Lucia Horovistiz

Investigadora do Instituto de Sistemas e Robótica do Departamento de Engenharia Electrotécnica e de Computadores (co-orientador)

Prof. Doutor Arnaldo Manuel Guedes Pinto

Professor e Subdirector de curso do Instituto Superior de Engenharia do Porto

Agradecimentos / Acknowledgements

Ao meu orientador, Professor Doutor João Paulo Davim, pela disponibilidade e transmissão de conhecimentos durante este projeto.

À minha coorientadora, Doutora Ana Horovistiz, por toda a disponibilidade e orientação.

Ao Eng. António Festas, pela ajuda imediata e preciosa que apresentou durante todas as dificuldades que foram aparecendo com o desenvolver da dissertação.

À Mestre Sílvia Carvalho, pela disponibilidade e paciência que me foi oferecida de mãos abertas.

Aos meus pais, irmão e avós que tanto lutaram uma vida para me oferecer esta oportunidade.

Aos meus amigos pela presença nos momentos mais exaustivos que me ofereceram alegria e bons momentos de convívio.

Palavras-chave

Tribologia; PEEK; microscopia digital; desgaste

Resumo

No presente trabalho, desenvolveu-se um estudo ao comportamento tribológico do PEEK por via microscopia digital. Atualmente o PEEK é um material que tem vindo a ser procurado pela indústria da biomedicina e aeroespacial derivado da sua biocompatibilidade e excelentes propriedades mecânicas. O seu comportamento tribológico torna-se variável dentro de determinados fatores como é o caso da taxa de desgaste. Para o PEEK, a pressão de trabalho, velocidade de deslizamento, temperatura são algumas das razões que levam a alterações nas taxas de desgaste, daí o seu interesse em estudar os possíveis cenários dentro destas condições de trabalho. Outro método de melhorar as taxas de desgaste em PEEK provém da adição de fibras ou lubrificantes sólidos na sua matriz polimérica. Para ajudar a compreender melhor o seu comportamento realizou-se ensaios tribológicos num tribómetro de bloco sobre disco onde se utilizou como material antagonista o aço AISI 1045. Para se estruturar a avaliação tribológica ao PEEK dividiu-se esta etapa em 3 fases distintas. Numa primeira fase, com base no cálculo do coeficiente de desgaste, estudou-se a influência da carga nominal e da velocidade de deslizamento. Numa segunda fase, identificou-se os mecanismos de desgaste dominantes em cada ensaio. Na última fase, com recurso a técnicas de microscopia quantitativa e tratamento de imagem, fez-se uma reconstrução 3D das superfícies para posteriormente quantificar as variações topográficas sofridas através do cálculo da dimensão fractal. Foi possível observar-se que o aumento da taxa de desgaste, pressão de trabalho e velocidade de deslizamento originam maiores valores de dimensão fractal para as superfícies de PEEK, onde os mecanismos de desgaste dominantes para este par tribológico é a abrasão e a adesão.

Keywords

Tribology; PEEK; digital microscopy; wear

Abstract

In the present work, will be developed a study of the tribological behavior of PEEK by digital microscopy. Currently, PEEK is a material that has been sought by the biomedicine and aerospace industry due to its biocompatibility and excellent mechanical properties. Its tribological behavior becomes variable within certain factors such as the wear rate. For PEEK, working pressure, sliding speed, and temperature are some of the reasons that lead to changes in wear rates, hence its interest in studying possible scenarios within these working conditions. Another method of handling PEEK's wear rate comes from adding fibers or solid lubricants to its polymer matrix. To understand better its behaviour, it were carried some tribological testes in a block-on-disk tribometer where AISI 1045 steel was used as a antagonist material. In order to structure the tribological evaluation of PEEK, this stage was divided into 3 distinct phases. In a first phase, it was studied the influence of the nominal load and slip speed over the wear coefficient. In a second phase it was identified the dominant wear mechanisms in each test. In the last phase, using digital microscopy and image treatment techniques, a 3D reconstruction of the surfaces was carried out to later quantify the topographical variations suffered by calculating the fractal dimension. It was possible to observe that the increase in the wear rate, work pressure and split speed rise to higher fractal dimension values for the PEEK surfaces, where the dominant wear mechanisms for this tribological pair are abrasion and adhesion.

Índice

| | | |
|----------|--|-----------|
| 1 | Introdução | 1 |
| 1.1 | Introdução | 2 |
| 1.1.1 | Objectivos - Questões da dissertação | 3 |
| 1.1.2 | Organização da dissertação | 3 |
| 2 | Tribologia do PEEK - Estado de arte | 5 |
| 2.1 | Tribologia | 6 |
| 2.2 | Polieter-eter-cetona (PEEK) | 8 |
| 2.3 | Tribologia do PEEK em função do seu comportamento ao desgaste | 9 |
| 2.3.1 | Mecanismos de desgaste | 9 |
| 2.3.2 | Pressão de contacto/ Carga normal | 10 |
| 2.3.3 | Velocidade de deslizamento | 11 |
| 2.3.4 | Temperatura | 12 |
| 2.3.5 | Rugosidade | 13 |
| 2.3.6 | Lubrificação | 14 |
| 2.3.7 | Valores referenciados | 14 |
| 2.4 | Tribologia dos compósitos PEEK | 16 |
| 2.4.1 | Compósitos de PEEK com reforço de fibras | 16 |
| 2.4.2 | Compósitos de PEEK com lubrificantes sólidos | 17 |
| 2.4.3 | Comparação do comportamento tribológico do PEEK com os seus compósitos | 17 |
| 2.5 | Síntese | 20 |
| 3 | Microscopia digital e processamento digital de imagens - Microscopia quantitativa | 21 |
| 3.1 | Microscopia Digital | 22 |
| 3.2 | Técnicas de processamento digital de imagens | 23 |
| 3.3 | Parâmetros quantitativos | 24 |
| 3.4 | Estudo da microscopia no PEEK | 25 |
| 4 | Procedimento experimental | 27 |
| 4.1 | Materiais ensaiados | 28 |
| 4.1.1 | KETRON® PEEK 1000 | 28 |
| 4.1.2 | Material antagonista AÇO AISI 1045 | 28 |
| 4.2 | Tribómetro bloco sobre disco | 29 |
| 4.2.1 | Melhoramentos no tribómetro | 32 |
| 4.3 | Amostras e discos | 33 |

| | | |
|----------|--|-----------|
| 4.4 | Caracterização microgeométrica das amostras e discos | 34 |
| 4.5 | Ensaio tribológico | 35 |
| 4.5.1 | Cálculo do coeficiente de desgaste | 38 |
| 4.6 | Análise das superfícies desgastadas | 39 |
| 4.6.1 | Observação por microscopia óptica | 39 |
| 4.6.2 | Caracterização topográfica | 40 |
| 5 | Resultados obtidos e sua discussão | 43 |
| 5.1 | Resultados obtidos e sua discussão | 44 |
| 5.1.1 | Análise do desgaste | 45 |
| 5.1.2 | Identificação dos mecanismos de desgaste | 48 |
| 5.1.3 | Caracterização topográfica | 53 |
| 6 | Conclusões | 59 |
| 6.1 | Conclusões | 60 |
| 6.2 | Trabalhos futuros | 61 |
| A | Ficha técnica do material KETRON® PEEK 1000. | 69 |
| B | Manual de utilização do tribómetro. | 73 |
| C | Topografias das superfícies dos materiais estudados. | 77 |

Lista de Tabelas

| | | |
|-----|---|----|
| 2.1 | Exemplos de fatores de entrada e saída de tribossistemas. | 6 |
| 2.2 | Algumas propriedades do PEEK[13][14]. | 8 |
| 2.3 | Ensaio efetuados por diversos autores com o PEEK e seus respectivos resultados. | 15 |
| 2.4 | Comparação do comportamento tribológico entre o PEEK e PEEK com fibras dentro da mesmas condições de ensaio para cada autor. | 18 |
| 2.5 | Comparação do comportamento tribológico entre o PEEK e PEEK com lubrificantes sólidos dentro da mesmas condições de ensaio para cada autor. | 19 |
| 2.6 | Gama de valores referenciados para as condições de trabalho e taxa de desgaste no PEEK. | 20 |
| 3.1 | Valores referenciados de dimensão fractal para o PEEK. | 25 |
| 4.1 | Características físicas e mecânicas do KETRON® PEEK 1000 utilizada nos ensaios. | 28 |
| 4.2 | Propriedades mecânicas da liga de aço AISI 1045 [65][66][67]. | 28 |
| 4.3 | Parâmetros de funcionamento do tribômetro bloco sobre disco. | 30 |
| 4.4 | Parâmetros iniciais dos ensaios exploratórios | 35 |
| 4.5 | Resultados obtidos dos ensaios exploratórios | 35 |
| 4.6 | Valores de referência para os ensaios. | 36 |
| 4.7 | Condições iniciais dos ensaios. | 36 |
| 5.1 | Resultados de taxas de desgaste a partir dos valores de perda de massa e perda de volume para o KETRON PEEK 1000. | 45 |
| 5.2 | Valores registados após ensaios para o KETRON PEEK 1000. | 47 |
| 5.3 | Valores de dimensão fractal para cada região em cada ensaio. | 55 |

Lista de Figuras

| | | |
|------|--|----|
| 2.1 | Estrutura química do PEEK. | 8 |
| 2.2 | Imagens em diferentes escalas do processo abrasivo em superfícies PEEK, onde as zonas de abrasão aparecem numa cor mais esbranquiçada [20]. . . | 10 |
| 2.3 | Relação do desgaste em PEEK com o aumento da carga normal [22]. . . . | 10 |
| 2.4 | Relação do desgaste em PEEK com o aumento da velocidade de deslizamento [23]. | 11 |
| 2.5 | Relação do desgaste em PEEK com o aumento da temperatura de contacto [24]. | 12 |
| 2.6 | Relação do desgaste em PEEK com a rugosidade em contrafaces de aço [26]. | 13 |
| 3.1 | A) Imagens iguais com zonas de foco diferentes; B) Sobreposição das imagens para alinhamento dos pixéis; C) Imagem totalmente focada. | 23 |
| 4.1 | Tribómetro com configuração bloco - disco [68]. | 29 |
| 4.2 | Tacómetro utilizado na medição das RPM. | 29 |
| 4.3 | Pirómetro utilizado na medição da temperatura. | 30 |
| 4.4 | Esquema representativo da configuração do tribómetro, sendo F_n a carga normal aplicada, R a força de reação normal, F_a a força de atrito e M o momento aplicado ao disco. | 31 |
| 4.5 | Evolução da área de contacto na amostra (vermelho) entre o início e o fim do ensaio. | 31 |
| 4.6 | Imagem demonstrativa do eixo depois de montado já com o anel elástico. . | 32 |
| 4.7 | Amostra de PEEK utilizada nos ensaios. | 33 |
| 4.8 | Aço AISI 1045 utilizado nos ensaios. | 33 |
| 4.9 | Rugosímetro Hommel Tester T1000E. | 34 |
| 4.10 | Balança analítica Metler GR200. | 37 |
| 4.11 | Estado das amostras e respetivos discos após a submissão dos ensaios. . . | 38 |
| 4.12 | Microscópio Leica série EZ4 W. | 39 |
| 4.13 | Microscópio Nikon Eclipse Lv150. | 40 |
| 4.14 | Exemplo de uma reconstrução superficial obtida pelo método EDF, com a) a corresponder à sequência de imagens, b) à imagem contruída com as regiões de pixéis melhor focados da sequência anterior e c) à representação tridimensional da superfície. | 41 |
| 4.15 | Exemplo ilustrativo dos mapas de elevação 3D distribuídos em quatro regiões ao longo da superfície desgastada da amostra. | 41 |
| 5.1 | Relação da taxa de desgaste com pressão de trabalho para o KETRON PEEK 1000. | 46 |

| | | |
|------|--|----|
| 5.2 | Relação da taxa de desgaste com velocidade de deslizamento para o KETRON PEEK 1000. | 46 |
| 5.3 | Relação da temperatura de contacto com velocidade de deslizamento e pressão de trabalho para o KETRON PEEK 1000. | 47 |
| 5.4 | Superfície desgastada da amostra (A) nº 1 com a sua respetiva contraface (B) para as condições de trabalho 1m/s e 21,79N | 48 |
| 5.5 | Superfície desgastada da amostra (A) nº 2 com a sua respetiva contraface (B) para as condições de trabalho 1m/s e 34,74N | 48 |
| 5.6 | Superfície desgastada da amostra (A) nº 3 com a sua respetiva contraface (B) para as condições de trabalho 1m/s e 48,748N | 49 |
| 5.7 | Superfície desgastada da amostra (A) nº 4 com a sua respetiva contraface (B) para as condições de trabalho 0,5m/s e 21,79N | 49 |
| 5.8 | Superfície desgastada da amostra (A) nº 5 com a sua respetiva contraface (B) para as condições de trabalho 0,5m/s e 34,74N | 50 |
| 5.9 | Superfície desgastada da amostra (A) nº 6 com a sua respetiva contraface (B) para as condições de trabalho 0,5m/s e 48,748N | 50 |
| 5.10 | Mecanismos de desgaste presentes nas superfícies desgastadas para as faces de KETRON PEEK 1000 e do aço AISI 1045 | 52 |
| 5.11 | Representações 3D da superfície desgastada da amostra 3 de KETRON PEEK 1000. | 53 |
| 5.12 | Representações 3D da superfície desgastada da amostra 6 de KETRON PEEK 1000. | 54 |
| 5.13 | Efeito da pressão de trabalho e da velocidade de deslizamento para a dimensão fractal em superfícies desgastadas de KETRON PEEK 1000. | 55 |
| 5.14 | Efeito da taxa de desgaste para a dimensão fractal em superfícies desgastadas de KETRON PEEK 1000. | 56 |
| 5.15 | Valores de pressão de trabalho e dimensão fractal no estudo de Zhang <i>et al.</i> [64]. | 56 |
| 5.16 | Relação entre os valores de trabalho | 57 |
| C.1 | Resultados obtidos pelo método " <i>Extended Depth of Focus</i> " para o ensaio nº 1, onde se dividiu a zona de contacto em 4 secções, para as condições de trabalho de 1m/s e 21,79N. A) é a imagem construída através dos pixels de maior foco e B) o mapa topográfico da respectiva imagem focada. | 78 |
| C.2 | Resultados obtidos pelo método " <i>Extended Depth of Focus</i> " para o ensaio nº 2, onde se dividiu a zona de contacto em 4 secções, para as condições de trabalho de 1m/s e 21,79N. A) é a imagem construída através dos pixels de maior foco e B) o mapa topográfico da respectiva imagem focada. | 79 |
| C.3 | Resultados obtidos pelo método " <i>Extended Depth of Focus</i> " para o ensaio nº 3, onde se dividiu a zona de contacto em 4 secções, para as condições de trabalho de 1m/s e 34,74N. A) é a imagem construída através dos pixels de maior foco e B) o mapa topográfico da respectiva imagem focada. | 80 |
| C.4 | Resultados obtidos pelo método " <i>Extended Depth of Focus</i> " para o ensaio nº 4, onde se dividiu a zona de contacto em 4 secções, para as condições de trabalho de 0,5 m/s e 21,79N. A) é a imagem construída através dos pixels de maior foco e B) o mapa topográfico da respectiva imagem focada. | 81 |

- C.5 Resultados obtidos pelo método "*Extended Depth of Focus*" para o ensaio nº 5, onde se dividiu a zona de contacto em 4 secções, para as condições de trabalho de 0,5 m/s e 34,74N. A) é a imagem construída através dos pixels de maior foco e B) o mapa topográfico da respectiva imagem focada. 82
- C.6 Resultados obtidos pelo método "*Extended Depth of Focus*" para o ensaio nº 6, onde se dividiu a zona de contacto em 4 secções, para as condições de trabalho de 0,5 m/s e 48,75N. A) é a imagem construída através dos pixels de maior foco e B) o mapa topográfico da respectiva imagem focada. 83

Capítulo 1

Introdução

1.1 Introdução

Polieteretercetone (PEEK) é um termoplástico poliaromático que teve a sua primeira presença na indústria na década de 80. Derivado das suas características mecânicas e da sua estrutura semi-cristalina, desenvolveram-se compósitos que obtiveram uma forte influência na indústria, para em 1998, existir a primeira proposta de comercializar o PEEK como um material com aplicações na indústria biomédica [1]. Atualmente, este material é utilizado para a reconstrução de testas e paredes orbitais do crânio, implantes dentários, reconstrução da componente femoral, próteses para a cirurgia ortopédica e ainda válvulas cardíacas. [1].

Com o incremento na capacidade de armazenamento digital e com o apoio de softwares que permitem a transmissão de imagens com uma perda da resolução praticamente nula, atualmente é possível ter acesso a imagens através do computador que estão a ser transmitidas por microscópio [2]. A microscopia digital disponibiliza técnicas de análise morfológica e topográfica de superfícies [3].

O estudo do comportamento tribológico de um material como o PEEK provém da sua presença na indústria biomédica, onde a microscopia digital poderá vir a ser uma das abordagens utilizadas para o seu estudo. Deste modo, esta dissertação pretende reconciliar o estudo do PEEK com a implementação de uma metodologia alternativa através da microscopia quantitativa. Verificou-se que a dimensão fractal tem apresentado resultados positivos em outros projetos fora do contexto tribológico, sendo que este é utilizado como um parâmetro para quantificar rugosidades e irregularidades. Um dos objetivos deste estudo passa por introduzir um novo conceito de tribologia quantitativa a partir do cálculo fractal nos métodos de tribologia tradicionais.

Como tal, implementaram-se técnicas de microscopia digital e tratamento de imagem ao objeto de estudo em questão, o PEEK. Recorreu-se a estratégias de análise tribológica convencionais, através do microscópio ótico para o reconhecimento da superfície e obtenção de imagens em microescala e a *softwares* de processamento de imagem que, com o devido tratamento, obtém a dimensão fractal das superfícies desgastadas. Por fim, verificou-se a dimensão fractal é um bom descritor quantitativo para relacionar *inputs* e *outputs* na tribologia do PEEK.

1.1.1 Objectivos - Questões da dissertação

Nesta secção é dado a conhecer as questões que levaram à concretização desta dissertação. Sendo o PEEK um material com uma vasta aplicação na área da biomedicina é importante conhecer o seu comportamento tribológico e estudá-lo. Desta forma, pretende-se aplicar uma metodologia que tem como base a microscopia digital para estudar o comportamento tribológico das superfícies desgastadas de PEEK. Desta explicação provém a primeira questão da dissertação:

- **É possível estudar o comportamento tribológico do PEEK através da microscopia digital?**

O objectivo desta questão é comprovar se este método é viável para o estudo tribológico do PEEK. Por fim, para a análise das superfícies desgastadas, pretende-se fazer um estudo quantitativo quanto às irregularidades presentes nas superfícies de PEEK a partir da dimensão fractal. Procura-se perceber se existe alguma relação entre os parâmetros de entrada e de saída, como velocidade de deslizamento e pressão de trabalho, e de que forma estes valores se comportam em torno dos valores de dimensão fractal. A última questão desta dissertação é dada por:

- **A dimensão fractal é um bom descritor para relacionar inputs e outputs na tribologia do PEEK?**

1.1.2 Organização da dissertação

Este trabalho de investigação está estruturado da seguinte forma:

- **Capítulo 1 (Introdução)** - Breve introdução e contextualização do trabalho realizado;
- **Capítulo 2 (Tribologia do PEEK - Estado de arte)** - Breve apresentação ao conceito de tribologia, seguida de uma apresentação ao material PEEK. Aqui é feita uma análise ao comportamento tribológico do PEEK, tendo sido identificados os principais fatores que o condicionam. Apresenta-se uma revisão ao estado de arte sobre diferentes estudos tribológicos ao PEEK e aos seus compósitos;
- **Capítulo 3 (Microscopia digital e processamento de imagens - Microscopia quantitativa)** - Introdução teórica ao conceito de microscopia quantitativa e a todas as etapas necessárias para a sua aplicação;
- **Capítulo 4 (Procedimento experimental)** - Apresentação dos materiais em estudos e dos materiais utilizados. Apresentação do procedimento e as condições dos ensaios efetuados;
- **Capítulo 5 (Resultados obtidos e sua discussão)** - Análise e discussão dos resultados obtidos. Este capítulo divide-se em três secções sendo elas: "Quantificação do desgaste", "Identificação dos mecanismos de desgaste" e "Estudo das variações topográficas";
- **Capítulo 6 (Conclusões)** - Conclusões do projeto e ainda algumas propostas para futuros trabalhos.

Capítulo 2

Tribologia do PEEK - Estado de arte

2.1 Tribologia

O termo tribologia foi, oficialmente utilizado pela primeira vez por H. Peter Jost para uma das associações do ministério de educação e ciência do Reino Unido. Em 1990, foi oficializado por Jost, que a tribologia tem como definição a ciência e tecnologia de superfícies interativas em movimento relativo. Para tal, estas interações entre superfícies formam pares tribológicos que definem um tribossistema [4].

Um tribossistema é condicionado por fatores de entrada que, quando interagem com o sistema tribológico em si, fornecem informações relevantes para o seu estudo. Estas informações são designadas por fatores de saída, que se tornam variáveis com a alteração dos fatores de entrada [5]. Na seguinte tabela 2.1 são dados alguns exemplos do que foi mencionado anteriormente.

Tabela 2.1: Exemplos de fatores de entrada e saída de tribossistemas.

| Fatores de entrada | Fatores de saída |
|------------------------------|----------------------|
| - Movimento relativo | |
| - Modo de contacto | |
| - Topografia de superfícies | - Atrito |
| - Carga | |
| - Velocidade | - Fenómenos térmicos |
| - Temperatura | |
| - Duração e tipo de contacto | - Vibrações e ruído |
| - Estado físico | |
| - Natureza dos materiais | - Desgaste |
| - Ambiente | |
| - Lubrificação | |

Um dos fatores mais estudados no âmbito da tribologia é o desgaste que, segundo Stachowiak, é a maior causa de desperdício e perda de desempenho mecânico o que, implica que reduzindo os níveis de desgaste obtêm-se menores gastos económicos [6]. A principal causa do desgaste é o atrito. As perdas de energia são maioritariamente dadas pelo atrito, onde são refletidas em calor e afetam não só, o rendimento energético como também o funcionamento dos mecanismos. [7].

Contudo, dado o elevado nível de complexidade em entender as interações das superfícies numa interface tribológica, a tribologia relaciona várias disciplinas, como a física, química, matemática, mecânica dos sólidos, fluidos, termodinâmica, transferência de calor e ciência dos materiais [8]. Todo este conhecimento validou a possibilidade de conceber novos materiais capazes de responder a desafios tecnológicos cada vez mais exigentes, tendo havido um grande foco nos materiais poliméricos e seus compósitos. O estudo de fatores como o desgaste e o atrito possibilitou que os polímeros pudessem ser avaliados e comparados entre si para exercerem funções adaptáveis às suas características [4].

Para estudar o comportamento tribológico em polímeros são feitos ensaios tribológicos. O tribómetro é o instrumento no qual são feitos estes ensaios, onde o material de estudo em formato de pino, disco, bola ou bloco desliza sobre uma contraface, ou material antagonista. Devem-se predefinir parâmetros preliminares, como a temperatura, velocidade deslizante, distância e pressão de trabalho, pois estes têm uma forte influência sobre os resultados dos ensaios. Estes ensaios têm como principal objetivo desgastar a amostra

sobre a contraface, para mais tarde, com acesso a técnicas de análise de superfícies, obter os fatores de saída anteriormente mencionados [9].

Atualmente os compósitos de matriz polimérica são cada vez mais procurados para substituir outros materiais, como os metais, por apresentarem comportamentos tribológicos idênticos, sendo o polietere tercetona (PEEK) um dos exemplos mais promissores nesta área devido ao seu elevado desempenho.

2.2 Políeter-eter-cetona (PEEK)

PEEK foi produzido pela primeira vez em 1978 nos laboratórios da Imperial Chemical Industries no Reino Unido. Inicialmente, foi concebido como um material resistente a altas temperaturas. No entanto, desde o início da sua comercialização em 1981, a combinação da facilidade de processamento e excelente estabilidade térmica e mecânica em altas temperaturas, estabeleceu o PEEK como um material de extrusão e moldagem de uso geral em formas naturais e reforçadas para aplicações de alto desempenho [10].

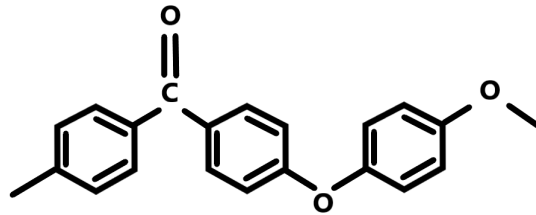


Figura 2.1: Estrutura química do PEEK.

O políeteretercetone não é tóxico e possui uma das melhores biocompatibilidades. O PEEK tem apresentado resultados satisfatórios na indústria da biomedicina derivado das suas propriedades tanto mecânicas como tribológicas [11; 12]. Na tabela 2.2 estão referidas algumas propriedades do PEEK.

Tabela 2.2: Algumas propriedades do PEEK[13][14].

| Temperatura de estabilidade térmica | Modulo Young | Modulo de rotura | Densidade | Condutividade térmica |
|-------------------------------------|--------------|------------------|------------------------|-----------------------|
| 335,8 °C | 3 - 4 GPa | 140 - 170 MPa | 1300 kg/m ³ | 0,29 W/mK |

Este material tem sido procurado para a produção de implantes dentários e próteses para a cirurgia ortopédica[15]. Potencialmente, poderá vir a substituir os metais tradicionais, como o titânio e o alumínio, e outros materiais cerâmicos tanto na biomedicina como na indústria aeroespacial [16]. Grande parte destes feitos, deve-se à criação e estudo de novos compósitos a partir do PEEK.

2.3 Tribologia do PEEK em função do seu comportamento ao desgaste

O PEEK é um material conhecido por apresentar um limitado comportamento tribológico, sendo que um dos fatores mais importantes para o definir é a taxa de desgaste[17]. A taxa de desgaste depende dos parâmetros que influenciam os pares tribológicos onde tem-se como exemplo:

- Mecanismos de desgaste;
- Pressão de contacto;
- Velocidade de deslizamento;
- Temperatura;
- Rugosidade / Natureza do material da contraface;
- Lubrificação.

2.3.1 Mecanismos de desgaste

O processo de desgaste pode ser definido de várias maneiras, mas maioritariamente é medido quantitativamente em termos de massa, volume ou pela perda de um contacto deslizante erodido, como é o caso dos processos de abrasão e de erosão. Caso se encontre material desgastado em alguma das faces de contacto estamos perante um processo adesivo.

As forças mecânicas, trabalho do atrito, forças de impacto, esforço de fadiga por contacto induzem danos nas superfícies de contacto que faz com que estas percam resistência mecânica, que consequentemente produzem detritos capazes de estudar o processo de desgaste. Este processo pode implicar significativas modificações nas propriedades dos materiais nas zonas de contacto [18].

Para o PEEK foram feitos muitos estudos a comprovar o seu comportamento ao desgaste. Briscoe *et al.* [19] submeteram estudos de atrito e desgaste a uma determinada gama de polímeros sob ação de deslizamento linear e rotacional. O deslizamento linear produz interfaces orientadas com baixa fricção e alto desgaste enquanto a rotação perturba o processo natural de orientação. Para o PEEK nestas condições de trabalho, o desgaste mostra-se da mesma forma.

Fu *et al.* [20] através da microscopia SEM mostrou que o mecanismo de desgaste no PEEK mais predominante é a abrasão. A abrasão é dada como o ato ou efeito de raspar ou desgastar por efeito do atrito entre duas ou mais superfícies, sendo que o material abrasivo fica separado de ambas as superfícies. Na seguinte Figura 2.2 está representado o processo abrasivo no PEEK, em que as zonas mais esbranquiçadas refletem esse efeito abrasivo.

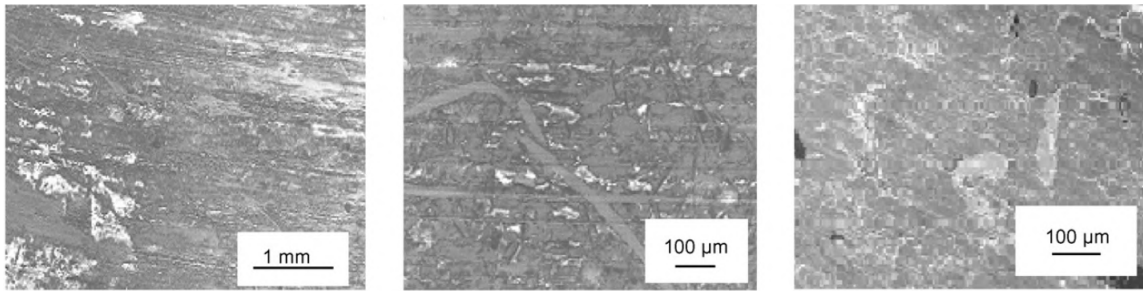


Figura 2.2: Imagens em diferentes escalas do processo abrasivo em superfícies PEEK, onde as zonas de abrasão aparecem numa cor mais esbranquiçada [20].

A abrasão das partículas ocorre em baixas temperaturas e a abrasão de aderência ocorre a temperaturas mais altas. Em conclusão, o desgaste depende da resistência à abrasão de cada material em contacto e os seus efeitos sinérgicos.

2.3.2 Pressão de contacto/ Carga normal

Para os materiais poliméricos o aumento da pressão de trabalho irá traduzir-se num aumento da taxa de desgaste. Pode acontecer existir um aumento bastante acentuado na taxa de desgaste caso a pressão de trabalho seja bastante elevada, pois afetará a temperatura interfacial de ambos os materiais. Caso isto aconteça, pode-se obter valores superiores à temperatura de transição vítrea ou até mesmo a temperatura de fusão o que irá causar alterações no estado físico do material [21].

O contacto entre superfícies é feito através das asperidades de cada uma das superfícies. O que implica que a área real de contacto corresponde apenas a uma pequena proporção da área aparente de contacto. Assim, com o aumento da pressão de trabalho, dá-se um aumento da área de trabalho devido à deformação elastoplástica das asperidades o que afetará significativamente a taxa de desgaste, Figura 2.3 [22].

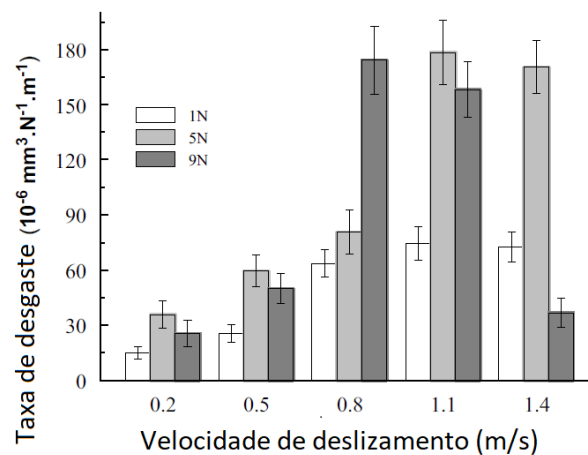


Figura 2.3: Relação do desgaste em PEEK com o aumento da carga normal [22].

Para o PEEK, Zhang *et al.* [22] comprovaram que para as cargas de 1N e 5N com o aumento da velocidade de deslizamento obtêm-se um incremento na taxa de desgaste como está demonstrado na Figura 2.3. Para a carga de 9N a partir dos 0,8m/s a taxa de desgaste tende a diminuir.

2.3.3 Velocidade de deslizamento

Para os polímeros no geral, o aumento da velocidade de deslizamento pode originar altas temperaturas interfaciais, o que provoca um aumento da taxa de desgaste. H. Voss e K. Friedrich [23] testaram a influência da velocidade de deslizamento sobre uma pressão de trabalho constante onde comprovam que a velocidade de deslizamento tem uma forte influência sobre a taxa de desgaste, Figura 2.4.

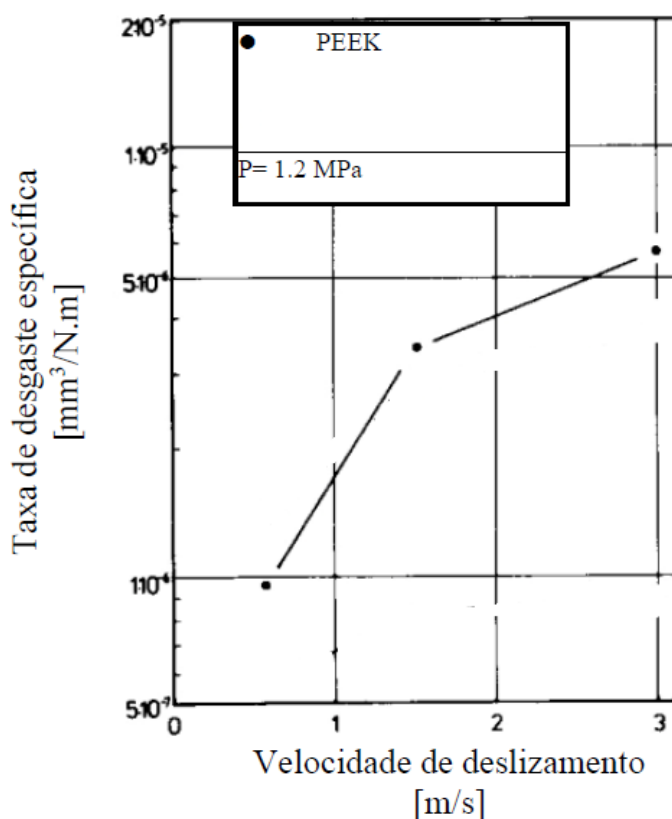


Figura 2.4: Relação do desgaste em PEEK com o aumento da velocidade de deslizamento [23].

Para variações de velocidade de deslizamento mais baixas, entre 0,5m/s e 1,5m/s, existe um incremento maior da taxa de desgaste em comparação com variação de velocidades entre 1,5m/s e 3m/s. Para valores superiores a 3m/s existe a alta probabilidade de o PEEK atingir a temperatura de fusão alterando as suas propriedades físicas.

2.3.4 Temperatura

A temperatura é um dos fatores mais importantes nas propriedades mecânicas dos termoplásticos. Para os polímeros, o amaciamento por efeito térmico pode diminuir a dureza superficial do material, o que poderá manifestar-se por um aumento da área real de contacto que por sua vez leva a uma aumento da taxa de desgaste [24].

Zhang *et al.* [24], estudaram qual o efeito da temperatura superficial sobre a taxa de desgaste no PEEK, mantendo fixas a velocidade de deslizamento e a pressão de trabalho, respectivamente de 1,5m/s e 5N. Concluíram que, com o aumento da temperatura de contacto, existe também um incremento gradual na taxa de desgaste.

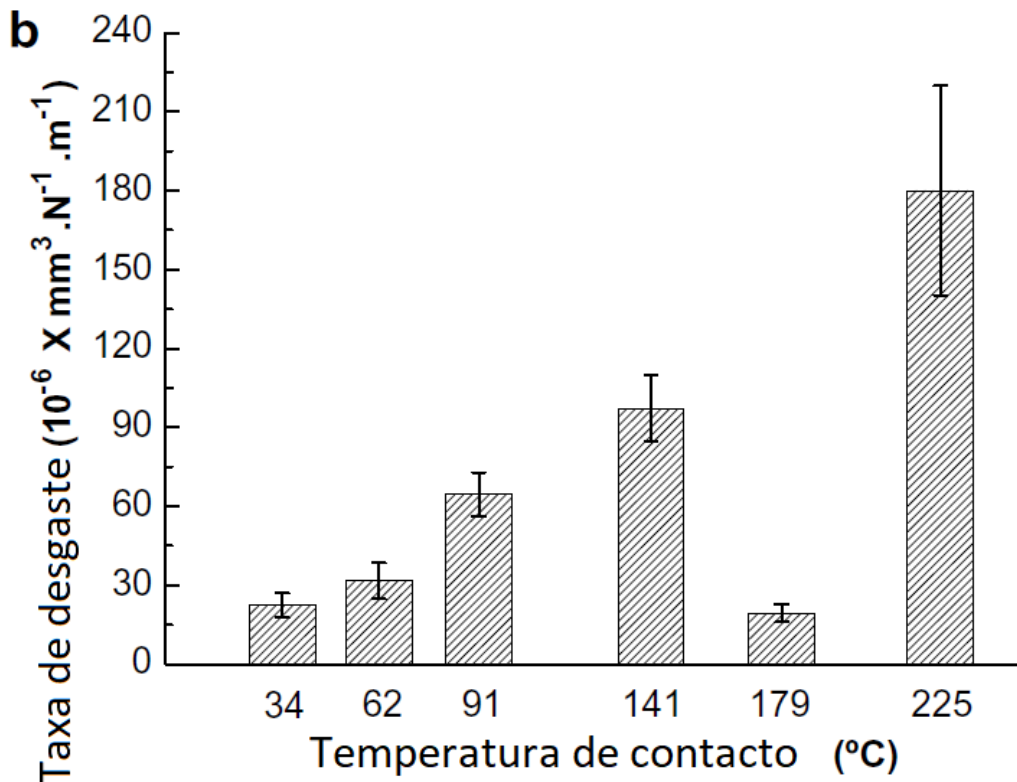


Figura 2.5: Relação do desgaste em PEEK com o aumento da temperatura de contacto [24].

Como se pode observar pela Figura 2.5 com o aumento da temperatura de contacto existe um aumento gradual da taxa de desgaste, excluindo a temperatura de 179°C em que houve um declínio significativo. Este fenómeno acontece devido à cristalização do PEEK. O aumento da temperatura leva a uma diminuição do módulo de elasticidade, mas para este caso em específico a situação inverte-se fazendo com que a taxa de desgaste diminua acentuadamente como demonstrado.

2.3.5 Rugosidade

A rugosidade é uma medida de produto amplamente utilizada na qualidade e na maioria dos casos, um requisito técnico para produtos mecânicos de contacto. A aspereza de superfície é uma característica que pode influenciar o desempenho das peças mecânicas e o seu custo de produção [25].

Durante um ensaio tribológico existe o contacto entre dois materiais distintos com a finalidade de estudar qual o efeito de um material sobre a sua contraface predefinida, o que implica que contrafaces diferentes irão apresentar comportamentos diferentes para cada material em estudo.

Para o PEEK, Friedrich *et al.* [26], comprovaram que quanto maior for a rugosidade em contrafaces de aço maior será o desgaste no PEEK, Figura 2.6.

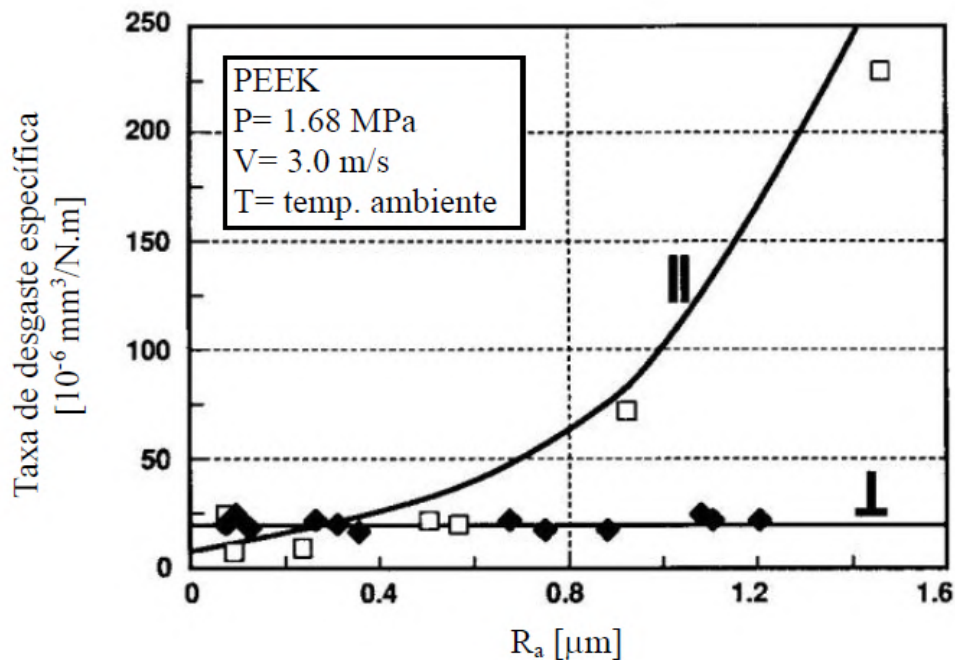


Figura 2.6: Relação do desgaste em PEEK com a rugosidade em contrafaces de aço [26].

Estes resultados foram obtidos através de um tribómetro bloco - disco em que se alterou a posição de contacto entre duas posições. Neste ensaios utilizou-se duas configurações, em que numa a direção do deslizamento é perpendicular à faixa da contraface do aço e na outra a direção de deslizamento é paralela à faixa da contraface de aço. Conclui-se que os valores de rugosidade são drasticamente reduzidos quando as ranhuras são perpendiculares à direção do deslizamento como é demonstrado. Para o outro caso de estudo existe um incremento na taxa de desgaste devido à tendência de formação de rolo na matriz da região de contacto.

2.3.6 Lubrificação

As propriedades tribológicas dos materiais em regimes de lubrificação limitam a vida útil e fiabilidade de vários componentes em movimento. Para reduzir o atrito e o desgaste desses componentes, é essencial evitar o atrito direto dessas partes formando camadas finas de alto desempenho, ou seja, a transferência de lubrificantes sólidos ou a projeção de lubrificantes líquidos. A camada limite gerada como resultado de reações tribo-químicas, reduz o atrito e o desgaste das superfícies. A criação de um tribofilme de alto desempenho é de grande importância para reduzir o atrito e o desgaste no caso de alguns contactos entre polímeros e metais [27].

Para o PEEK, a utilização de lubrificantes sólidos em contactos a seco tem mostrado resultados satisfatórios em diminuir o atrito, mas em contrapartida existe um incremento nas taxas de desgaste [28]. Yuji Yamamoto *et al.*[29] estudaram o comportamento à fricção e ao desgaste do PEEK com lubrificação de água. A dureza da superfície de deslizamento diminuiu, o que promoveu o seu desgaste sobre a lubrificação em água. Conclui-se que o PEEK apresenta dificuldades em diminuir os seus níveis de desgaste sobre lubrificação.

2.3.7 Valores referenciados

Nesta secção é apresentada a tabela 2.3 onde se pode observar valores de taxas de desgaste para o PEEK em função da alteração de valores da pressão de trabalho, velocidade de deslizamento, distância de deslizamento e material antagonista. Está também mencionado o autor de cada um dos presentes estudos.

Tabela 2.3: Ensaios efetuados por diversos autores com o PEEK e seus respectivos resultados.

| Autores | Contraface de deslizamento | Tribômetro | Distância percorrida (m) | Carga Normal (N) | Velocidade de deslizamento (m/s) | Taxa de desgaste (mm³/(N.m)) |
|--|---------------------------------------|-------------------|---------------------------------|-------------------------|---|--|
| H. Voss e K. Friedrich[23] | Disco de aço (German standard 100Cr6) | Pin on disc | 2000 | 134 | 0,6 | $7,6 \times 10^{-7}$ |
| | | | | 54 | 1,5 | $3,5 \times 10^{-6}$ |
| | | | | 10 | 3 | $9,3 \times 10^{-6}$ |
| M. Sumer, H. Unal, A. Mimaroglu[17] | Disco de aço AISI D2 | Pin on disc | 1000 | 150 | 1,6 | $1,5 \times 10^{-6}$ |
| | | | | 100 | 1,6 | $2,1 \times 10^{-6}$ |
| | | | | 50 | 1,6 | $1,9 \times 10^{-6}$ |
| | | | | 150 | 0,8 | $1,1 \times 10^{-6}$ |
| | | | | 100 | 0,8 | $1,3 \times 10^{-6}$ |
| | | | | 50 | 0,8 | $1,1 \times 10^{-6}$ |
| G. Tatsumi, M. Ratoi, Y. Shitara[30] | Aço AISI 52100 | Ball on disc | 1800 | 50 | 0,5 | 7×10^{-6} |
| Xianqiang Pei, Klaus Friedrich[31] | Aço de rolamento de esferas | Ball on disc | 2000 | 64 | 1 | 9×10^{-6} |
| | | | | 58 | 1,2 | 10^{-5} |
| | | | | 52 | 1,4 | 10^{-5} |
| | | | | 45 | 1,6 | $1,5 \times 10^{-5}$ |
| | | | | 39 | 1,8 | $1,7 \times 10^{-5}$ |
| | | | | 32 | 2 | 2×10^{-5} |
| Leyu Lin, Xian-Qiang Pei, Roland Bennewitz[32] | Disco de aço 100Cr6 | Pin on disc | 1500 | 64 | 0,1 | $7,5 \times 10^{-6}$ |
| | | | | 64 | 0,5 | 10^{-5} |
| | | | | 64 | 1 | $1,5 \times 10^{-5}$ |
| | | | | 64 | 4 | 4×10^{-5} |

2.4 Tribologia dos compósitos PEEK

Os compósitos são materiais formados quando se unem outros materiais de natureza diferentes, com o intuito de obter um produto de melhor qualidade. Por serem materiais multifásicos, apresentam propriedades inerentes de cada um dos seus constituintes, com o acréscimo de algumas propriedades intermediárias que provêm da formação de uma nova região na sua interface. Os compósitos são divididos pela matriz e pelo reforço. Na maioria dos casos, a matriz apresenta-se em maior quantidade e envolve o reforço. O reforço tem como objetivo melhorar as propriedades mecânicas da matriz [33].

É de extrema importância conhecer as propriedades químicas e físicas, tanto da matriz como do reforço, para que exista afinidade entre ambos os materiais. Os parâmetros que afetam significativamente as suas propriedades são: a forma, o tamanho, a orientação e a distribuição [34].

Nos últimos anos, vários tipos de materiais foram adicionados como cargas a polímeros, como o metal, pós, minerais, óxidos, sais e lubrificantes sólidos, sendo que cada um deles melhora o comportamento do polímero de maneiras diferentes [35]. Para o PEEK tem-se o exemplo do reforço com fibras e o uso de lubrificantes sólidos.

2.4.1 Compósitos de PEEK com reforço de fibras

A principal razão para incorporar fibras numa matriz polimérica é para aumentar os níveis de tenacidade, resistência à tração e melhorar as características de fissuração do composto resultante [36]. Para o PEEK, os dois materiais mais procurados para esta função são a fibra de vidro e a fibra de carbono.

- A fibra de vidro em si, é um material não cristalino de microestrutura isotrópica, bastante empregado em aplicações estruturais. É um material em que, na sua composição existem finíssimos filamentos de vidro aglomerados altamente flexíveis e pouco rígidos [37]. A produção de compósitos de fibra de vidro tornou-se bastante popular devido ao incremento fornecido às propriedades mecânicas da matriz, com o acréscimo de existirem várias técnicas para a sua produção, sendo estas relativamente baratas [38];
- A fibra de carbono é definida como uma fibra que contém pelos menos 92 wt % carbono. Os dois recursos mais importantes na sua produção são o poliácridonitrilo (PAN) e o piche de alcatrão, onde o PAN é mais utilizado em compósitos poliméricos [39]. São as mais conhecidas por terem o maior módulo específico e maior resistência de todas as fibras de reforço e são amplamente utilizadas como reforço em compósitos [40].

Ambas estas fibras podem apresentar-se nos polímeros com diferentes concentrações e orientações, tanto de forma contínua como curta.

2.4.2 Compósitos de PEEK com lubrificantes sólidos

Em ambientes não lubrificadas, o desempenho dos materiais depende principalmente das propriedades das interfaces e das superfícies, como também da sua capacidade de formarem filmes de limite antidesgaste. Neste contexto, para os polímeros é necessário aplicar-se lubrificantes sólidos ou aditivos, [41]. O politetrafluoroetileno, dissulfeto de molibdênio (MoS₂), sulfureto de tungstênio (WS₂) e a grafite são os exemplos mais aplicados com o PEEK.

- O politetrafluoroetileno (PTFE) é um dos materiais mais utilizados para diminuir a poluição e em movimentos não lubrificadas. Este polímero pode ser produzido pela polimerização dos radicais livres do tetrafluoretileno. O papel do PTFE no controle de fricção, desgaste ou ambos em compósitos poliméricos tem sido um dos aspectos mais investigados no campo da tribologia de compósitos PEEK [28];
- Tanto o dissulfeto de molibdênio (MoS₂) como o sulfureto de tungstênio (WS₂) são dois lubrificantes sólidos utilizados para prevenir a adesão, para permitir reações tribo-químicas e criar uma estrutura lamelar com baixa resistência ao corte. Ambos têm uma estrutura cristalina semelhante, fazendo com que os seus mecanismos aumentem a resistência ao desgaste em estruturas cristalinas hexagonais [42];
- A grafite é composta por camadas de átomos de carbono hibridizados. Em cada camada, chamada de folha de grafeno, um átomo de carbono liga-se a três outros átomos, formando um arranjo planar de hexágonos fundidos. É um lubrificante sólido com baixo preço, leve, boa estabilidade química e boa condutividade elétrica e lubrificidade. É amplamente utilizado na fabricação de materiais de antifricção e lubrificantes [43].

O comportamento tribológico destes compósitos é variável consoante os níveis de concentração de lubrificante adicionado à matriz.

2.4.3 Comparação do comportamento tribológico do PEEK com os seus compósitos

Nesta secção é feita uma pesquisa de comparação do comportamento tribológico do PEEK com a adição de fibras e lubrificantes sólidos. Toma-se como ponto de relevância entender quais as alterações da taxa de desgaste em função da concentração de aditivo utilizado para fortalecer o PEEK. Nas Tabelas 2.4 e 2.5 estão apresentados os resultados obtidos por cada autor.

Tabela 2.4: Comparação do comportamento tribológico entre o PEEK e PEEK com fibras dentro da mesmas condições de ensaio para cada autor.

| Autores | Fibra | Orientação das fibras | wt% | Taxa de desgaste |
|---|---------------------------------|------------------------------|---------------------------------|-------------------------|
| Z. Rasheva , G. Zhang, Th. Burkhart (2008)[44] | Carbono | perpendicular | 10 | ↘ ↘ |
| | | perpendicular | 15 | ↘ |
| | | paralelo | 10 | ↘ |
| | | paralelo | 15 | ↘ ↘ |
| Z.P. Lu, K. Friedrich (1994)[45] | Carbono | (-) | 10 | ↘ |
| | | (-) | 20 | ↘ ↘ |
| | | (-) | 30 | ↘ ↘ |
| E.Z.Li, W.L.Guo, H.D.Wang, B.S.Xu,X.T.Liu (2012)[35] | Vidro | (-) | 30 | ↘ ↘ |
| Yuji Yamamoto, Masaaki Hashimoto (2004)[46] | Vidro | (-) | 18 | ↘ ↘ |
| | | (-) | 5 | ↘ |
| | Carbono | (-) | 18 | ↘ ↘ |
| | | (-) | 5 | ↘ |
| Legenda: | ↗ ligeiramente superior | | ↘ ligeiramente inferior | |
| (-) sem informação | ↗↗ moderadamente superior | | ↘↘ moderadamente inferior | |
| | ↗↗↗ significativamente superior | | ↘↘↘ significativamente inferior | |

Tabela 2.5: Comparação do comportamento tribológico entre o PEEK e PEEK com lubrificantes sólidos dentro da mesmas condições de ensaio para cada autor.

| Autores | Lubrificante sólido | wt. % | Taxa de desgaste |
|---|-----------------------------------|-----------------------------------|-------------------------|
| M. Zalaznik, S. Novak, M. Huskić, M. Kalin (2018)[47] | MoS2 | 2 | ↗ |
| | | 5 | ↘ |
| | | 10 | ↗ ↗ |
| Jayashree Bijwe, Sukanta Sen, Anup Ghosh (2005)[48] | PTFE | 7,5 | ↗ |
| | | 15 | ↗ ↗ |
| | | 22,5 | ↗ ↗ ↗ |
| | | 30 | ↗ ↗ ↗ |
| Yingshuang Shang, Yunping Zhao, Yifan Liu, Ye Zhu (2017)[49] | Grafite | 10 | ↗ ↗ |
| | | 20 | ↗ ↗ |
| | | 30 | ↗ ↗ |
| M. Zalaznik, M. Kalin, S. Novak, G. Jakša (2016)[41] | WS2 | 2 | ↗ ↗ |
| | | 5 | ↗ ↗ |
| | | 10 | ↗ ↗ ↗ |
| Legenda: | ↗ ligeiramente superior | ↘ ligeiramente inferior | |
| (-) sem informação | ↗ ↗ moderadamente superior | ↘ ↘ moderadamente inferior | |
| | ↗ ↗ ↗ significativamente superior | ↘ ↘ ↘ significativamente inferior | |

2.5 Síntese

O PEEK é um material que apresenta excelentes propriedades que fazem com que a sua utilização seja requerida em algumas áreas como é o caso da biomedicina e a engenharia aeroespacial. Contudo, apesar de possuir excelentes propriedades apresenta também um limitado comportamento tribológico, que limita a sua aplicação. Com base na bibliografia referenciada conclui-se que determinados fatores como a pressão de contacto, velocidade de deslizamento, temperatura, rugosidade, lubrificação e a produção de compósitos afetam o comportamento tribológico do PEEK. Tendo como principal foco os níveis de desgaste do PEEK, conclui-se que:

- Com o aumento da pressão de trabalho obtêm-se taxas de desgaste maiores;
- Com o aumento da velocidade de deslizamento obtêm-se taxas de desgaste maiores;
- Quanto maiores forem os níveis de rugosidade em contrafaces de aço, maior a taxa de desgaste;
- O uso de lubrificação em ensaios promove o desgaste, pois diminui a dureza da superfícies em contato facilitando o processo de desgaste;
- O reforço com fibras diminui o desgaste;
- O reforço com lubrificantes sólidos promove o desgaste.

A seguinte Tabela 2.6 demonstra a gama de valores referenciados para as condições de trabalho no PEEK e seus valores de desgaste.

Tabela 2.6: Gama de valores referenciados para as condições de trabalho e taxa de desgaste no PEEK.

| Distância percorrida (m) | Carga Normal (N) | Velocidade de deslizamento (m/s) | Taxa de desgaste ($\text{mm}^3/(\text{N.m})$) |
|---------------------------------|-------------------------|---|---|
| 1000 -2000 | 10 - 150 | 0,1 - 4 | $7,6 \times 10^{-7} - 4 \times 10^{-5}$ |

Capítulo 3

Microscopia digital e processamento digital de imagens - Microscopia quantitativa

No estudo de desenvolvimento de materiais, é importante reconhecer a relação intrínseca entre as propriedades e a superfície do material. Como tal, utilizam-se técnicas robustas capazes de obter uma análise microestrutural de confiança. Estas técnicas provêm de dados obtidos através da microscopia quantitativa, onde o processamento digital de imagem tem uma forte presença. Esta abordagem tem a vantagem de reduzir o tempo de aquisição de dados e melhorar a precisão e a sua reprodutibilidade, sendo ainda capaz de estabelecer novas metodologias de trabalho para a microscopia digital. O seu desenvolvimento está relacionado com a evolução de *hardwares* e a utilização de *softwares* de processamento digital de imagem [50]. Pode-se dividir esta abordagem em três pontos de interesse sendo eles:

- 1º Microscopia Digital - Monitorização e aquisição de imagens;
- 2º Técnicas de processamento digital de imagens - Com o apoio de *softwares*, atribuir uma metodologia de tratamentos de imagens para a obtenção de informação relativa às superfícies;
- 3º Parâmetros quantitativos - Método a quantificar a informação obtida pelo processamento de imagem.

3.1 Microscopia Digital

Apesar do grande desenvolvimento da microscopia eletrónica incrementou-se, recentemente, a investigação da caracterização microestrutural e superficial com a microscopia ótica. Para isto, contribuíram três fatores: a melhoria na qualidade da ótica dos microscópios, o desenvolvimento de câmaras melhores e o advento da microscopia digital [51].

Na década de 90, a integração do controlo por computador do microscópio com a aquisição e análise digital de imagens criou uma nova área denominada de Microscopia Digital. A Microscopia Digital, além de proporcionar um certo grau de automação, abriu novas possibilidades para a caracterização microestrutural e superficial. Rotinas de aquisição automática e procedimentos de auto-ajuste vêm-se tornando cada vez mais comuns. Para além disso, alguns sistemas totalmente controlados por *software* e com ambiente programável permitem uma automação completa. Assim, é possível realizarem-se varrimentos nas amostras de aquisição, armazenamento de imagens, processamento de imagens, análise e produção de relatórios automaticamente [52].

O microscópio ótico é um dos equipamentos utilizados na Microscopia Digital. Tem a capacidade de obter um campo de visão maior, o que facilita a identificação e localização de objetos de interesse em menor tempo de operação e custos de operação mais baixos[2]. Esta ferramenta possibilitou a aquisição de imagens de superfícies desgastadas que, com o apoio de *softwares*, levou à caracterização topográfica.

3.2 Técnicas de processamento digital de imagens

O processamento digital de imagens é o termo aplicado à conversão de imagens de vídeo em formato digital e a aplicação de vários algoritmos matemáticos para extrair informações da imagem [53]. No âmbito da tribologia de superfícies, o processamento de imagem pode ser utilizado para extrair informações presentes nas superfícies dos materiais. Um dos *softwares* recentemente utilizado neste contexto é o ImageJ. O ImageJ é um programa de processamento de imagem baseado em Java desenvolvido no NIH por Wayne Rasband. Neste programa, os detalhes de rotinas de processamento de imagem estão disponíveis para que um usuário possa entender os procedimentos subjacentes que são aplicados às imagens. Apesar de Rasband ser o autor principal do programa, existe uma comunidade que disponibiliza um crescente arsenal de algoritmos complementares para fornecer funcionalidades adicionais ao programa [54].

Uma das técnicas utilizadas para o processamento de imagem é designada por "*Extended Depth of Focus*" (EDF) a partir de imagens obtidas por microscópio ótico, em que existe um conjunto de zonas óticas que abrangem totalmente o objeto em estudo. Apenas uma pequena porção da imagem estará em foco devido à profundidade limitada pelo foco do microscópio. O objetivo dos algoritmos de EDF é recuperar, de cada zona em foco, os pixels que estão em foco e construir uma imagem apenas com esses pontos de foco selecionados [55]. Na seguinte Figura 3.1 está esquematizado este processo.

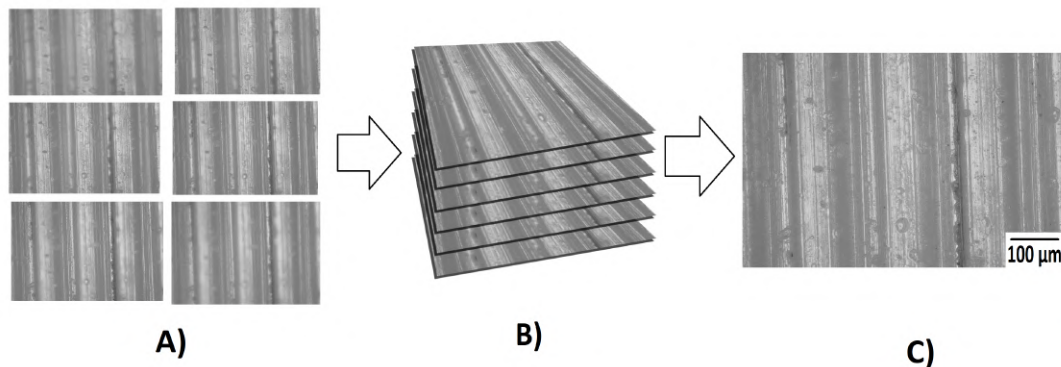


Figura 3.1: A) Imagens iguais com zonas de foco diferentes; B) Sobreposição das imagens para alinhamento dos pixels; C) Imagem totalmente focada.

A partir do ImageJ, existe um plugin que exerce a mesma funcionalidade que a técnica EDF com a designação de "*Stack Focuser*". O plugin "*Stack Focuser*", que foi uma solução proposta por Michael Umorin, seleciona os pixels de maior foco de uma sequência de imagens formando uma imagem com as zonas de maior foco.

Depois de aplicado o devido processamento digital às imagens, passa-se para a seguinte fase, a seleção dos parâmetros quantitativos.

3.3 Parâmetros quantitativos

Na microscopia quantitativa, após feito o processamento digital, procede-se para a escolha dos parâmetros quantitativos. No estudo morfológico e topográfico de superfícies pode-se utilizar a dimensão fractal para quantificar o nível de irregularidades numa superfície ou a sua rugosidade [56].

Benoit Mandelbrot criou o termo "fractal" em 1977 para representar uma série de acontecimentos caóticos na natureza. A característica de um objeto fractal perfeito provém da sua auto-similaridade e independência de escala, o que contraria a maioria das superfícies reais existentes na natureza, que são ásperas e de multi-escala. Ou seja, este conceito de auto similaridade acontece apenas localmente e numa determinada variedade de escalas. Esta premissa originou o conceito de "multi-fractalidade" [57].

Devido à natureza das superfícies serem de multi-escala, as variações de picos de superfícies e outros parâmetros de rugosidade dependem fortemente da resolução e do processamento do filtro de instrumentos de medição. Consequentemente, os instrumentos de medição geralmente fornecem valores diferentes para a rugosidade das superfícies. Idealmente, superfícies rugosas devem ser caracterizadas de tal forma que a informação estrutural da rugosidade em todas as escalas seja mantida. Para isso é essencial quantificar essa multi-escala consoante a aspereza da superfície [58].

Os tipos de desgastes geralmente podem ser analisados por vários equipamentos diferentes, o que pode levar a grandes divergências quantitativas. Contudo, determinadas pesquisas fornecem abordagens capazes de estudar o desgaste através da dimensão fractal onde uma das alternativas utilizadas é o processamento de imagem proposto pela Dr. Ana Horosvistiz [59]. O *software* NIH ImageJ, utiliza o plugin "*Map Fractal Count*" para o seu cálculo [60]. Este *plugin* é baseado num algoritmo desenvolvido por Minkowski Bouligand, denominado de "*Box-Counting*". Este algoritmo é um dos mais utilizados no cálculo da dimensão fractal devido à sua simplicidade e facilidade de aplicação. Tem como base a sobreposição de uma imagem com uma grelha quadrada de dimensão variável. À medida que se varia a dimensão da grelha é contabilizado o número de "caixas" necessárias para cobrir a imagem [60]. A dimensão fractal é posteriormente calculada pela seguinte expressão:

$$D = - \lim_{r \rightarrow 0} \frac{\log(N(r))}{\log(r)} \quad (3.1)$$

N representa o número de "caixas" necessárias para cobrir a imagem e r o seu comprimento. A dimensão fractal é dada pelo declive da reta de regressão logarítmica entre a variação do número de "caixas" necessárias para cobrir a imagem e o comprimento das mesmas, correlacionando o grau de ocupação do espaço com as diferentes escalas dimensionais analisadas.

3.4 Estudo da microscopia no PEEK

Todo o desenvolvimento tecnológico que existiu na microscopia nos últimos anos, levou a novos estudos na área da tribologia de superfícies. Sendo o PEEK um dos polímeros promissores neste tema, todos os anos são feitos estudos para compreender o seu comportamento tribológico sempre com técnicas diferentes e inovadoras, sendo inúmeras as aplicações da microscopia para a compreensão topográfica do PEEK.

Recentemente D'Ercole *et al.* através da microscopia eletrônica de varrimento e microscopia de força atômica comparam o comportamento tribológico do PEEK com o titânio no âmbito da implantologia [61]. Chen *et al.* utilizam o SEM e a microscopia de transmissão por eletrão (TEM) para a avaliação da formação de filme em compósitos PEEK/grafeno para o seu uso em sinterizações por laser [56]. Flanagan *et al.*, com o apoio do microscópio ótico, verificam a qualidade das laminas de carbono que existem no compósito PEEK/fibras de carbono e também monitorizam o dano cíclico do criogenio nelas, para futura produção de tanques de armazenamento de criogenia utilizados em naves espaciais [62]. Estes trabalhos são um pequeno exemplo de uma ampla base de investigação que existe em torno do PEEK, demonstrando a sua influência futura na indústria e a importância à sua análise topográfica.

A nível de caracterização topográfica, a partir da dimensão fractal de superfícies desgastadas do PEEK, são muito poucos os trabalhos que existem, sendo que os últimos foram concebidos em 1997, e apenas um deles teve uma abordagem mais aprofundada sobre o tema. A. Gisep *et al.* estudaram a topografia e a microestrutura do PEEK com reforço em fibras de carbono. A análise fractal foi utilizada para quantificar a rugosidade das superfícies, mas o método utilizado é bastante simplificado passando apenas pelo uso de uma fórmula numérica [63]. Ming Qiu Zhang *et al.* estabeleceram uma relação entre os mecanismos de desgaste do PEEK e a sua dimensão fractal. A metodologia utilizada para a obtenção da dimensão fractal passa por dois métodos. No primeiro, é realizado o cálculo do perímetro, a partir de várias traços. No segundo procura-se uma relação entre a área definida por esses traços e o perímetro calculado anteriormente [64]. Na próxima tabela 2.7, está referenciada a gama de valores obtida por estes autores.

Tabela 3.1: Valores referenciados de dimensão fractal para o PEEK.

| Autores | Dimensão fractal |
|------------------------|-------------------------|
| M. Zhang <i>et al.</i> | 1,22 - 1,38 |
| S. Há <i>et al.</i> | 1,23 - 1,34 |

Neste trabalho o foco é utilizar e viabilizar a metodologia de tratamento de imagem para a caracterização topográfica do PEEK. Horovistiz *et al.* aplicaram este novo método para o estudo do comportamento tribológico da poliamida a partir do tratamento de imagem pelo NHI ImageJ, juntamente com os *plugins* anteriormente mencionados [59].

Capítulo 4

Procedimento experimental

4.1 Materiais ensaiados

Os materiais estudados através dos ensaios tribológicos, foi o KETRON® PEEK 1000, tendo utilizado como material antagonista o aço AISI 1045.

4.1.1 KETRON® PEEK 1000

Este plástico semi-cristalino de alta performance é produzido a partir da resina de polieteretercetona virgem, capaz de oferecer alta tenacidade e resistência em impactos, sendo aplicado em componentes metálicos como rolamentos e engrenagens, bem como em isoladores de altas temperaturas. Este material foi fornecido pela empresa Poly Lanema e as suas propriedades físicas e mecânicas estão presentes na Tabela 4.1. As restantes propriedades estão presentes no Apêndice A.

Tabela 4.1: Características físicas e mecânicas do KETRON® PEEK 1000 utilizada nos ensaios.

| KETRON PEEK 1000 | |
|-------------------------------------|-----------------------|
| Características Físicas e Mecânicas | Valor |
| Tensão Nominal Máxima | 140 MPa |
| Tensão Limite de Elasticidade | 115 MPa |
| Modulo de Elasticidade | 4300 MPa |
| Extensão após rutura | 17% |
| Massa Volúmica | 1,31g/cm ³ |

Algumas das suas principais características são:

- Excelente resistência a produtos químicos e hidrólise;
- Muito boa estabilidade dimensional;
- Boas propriedades de isolamento elétrico e dielétricas;
- Alta resistência, rigidez e resistência à fluência, também a temperaturas elevadas.

4.1.2 Material antagonista AÇO AISI 1045

O material antagonista utilizado foi o aço AISI 1045. As suas propriedades mecânicas estão presentes na Tabela 4.2.

Tabela 4.2: Propriedades mecânicas da liga de aço AISI 1045 [65][66][67].

| Aço AISI 1045 | |
|-------------------------------------|-----------------------|
| Características físicas e mecânicas | Valor |
| Massa Volúmica | 7850Kg/m ³ |
| Módulo de Elasticidade | 206 GPa |
| Coefficiente de Poisson | 0,29 |
| Tensão Limite de Elasticidade | 530 MPa |
| Dureza de Vickers | 188 HV |

4.2 Tribómetro bloco sobre disco

O tribómetro utilizado nos ensaios está demonstrado na Figura 4.1, foi projetado e fabricado no âmbito de uma dissertação para a obtenção do grau de Mestre em Engenharia Mecânica por parte de um estudante da Universidade de Aveiro [68].

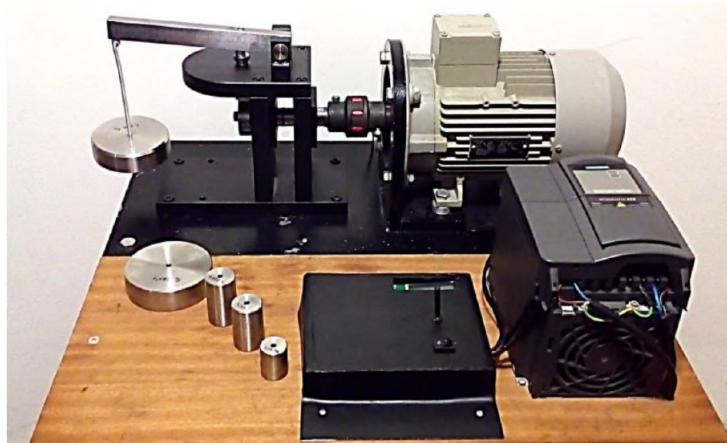


Figura 4.1: Tribómetro com configuração bloco - disco [68].

Este tribómetro permite ensaiar diferentes partes de materiais, controlando a velocidade de deslizamento e carga normal aplicada, capaz de obter valores de desgaste para os materiais ensaiados.

A velocidade de rotação do motor do tribómetro é medida a partir de um potenciómetro que está ligado a um variador de frequência. Este potenciómetro trabalha dentro da gama de valores de 0V a 10V, o que irá registar um intervalo de velocidades de deslizamento entre os 0m/s a 3,7m/s. Derivado da incerteza de medição destes valores complementou-se esta medição com o uso de um tacómetro (Figura 4.2).



Figura 4.2: Tacómetro utilizado na medição das RPM.

O tribómetro disponibiliza dois sistemas de aplicação de carga, num deles a força é aplicada diretamente no sistema e no outro recorre-se a uma barra. O sistema que utiliza a barra, fornece uma força superior em comparação com o outro sistema, pois a pressão de trabalho está a ser exercida através de um braço, ou seja, o peso do corpo irá aplicar uma força igual ao seu peso multiplicada por um fator que depende do comprimento do braço.

Quanto à gama de cargas do tribómetro, não é possível aplicar uma carga arbitrária. Estas cargas são dependentes dos pesos existentes e das possíveis combinações que se podem obter, com ou sem barra. Na próxima tabela 4.3 estão presentes as limitações de funcionamento do tribómetro.

Tabela 4.3: Parâmetros de funcionamento do tribómetro bloco sobre disco.

| Parâmetros | Limites de funcionamento |
|----------------|---|
| Velocidade | 0 RPM a 1450RPM 0m/s a 3,7m/s |
| Carga Aplicada | - Com barra: 15N a 178N -Sem barra: 1N a 42N |

Como o tribómetro não disponibiliza um sistema de medição de temperatura, utilizou-se um pirómetro para fazer a medição da temperatura de contacto entre as superfícies durante os ensaios. Apontou-se o equipamento a 45° da zona de contacto entre a amostra e a contraface. Apesar de este valor não ser o valor que representa exatamente a temperatura nas superfícies de contacto, utilizou-se o equipamento por segurança e controlo dos ensaios.



Figura 4.3: Pirómetro utilizado na medição da temperatura.

Utilizou-se um tribómetro com configuração bloco sobre disco. O método de contacto entre as superfícies está ilustrado na figura 4.4. Neste género de configurações a amostra possui um contacto contínuo, enquanto o disco se mantém em rotação, a amostra está fixa. Para este caso, a área de contacto tende a aumentar, pois à medida que a amostra se vai desgastando esta área aumenta derivado da pressão aplicada durante a experiência. Na figura 4.5 está representado a evolução da área de contato.

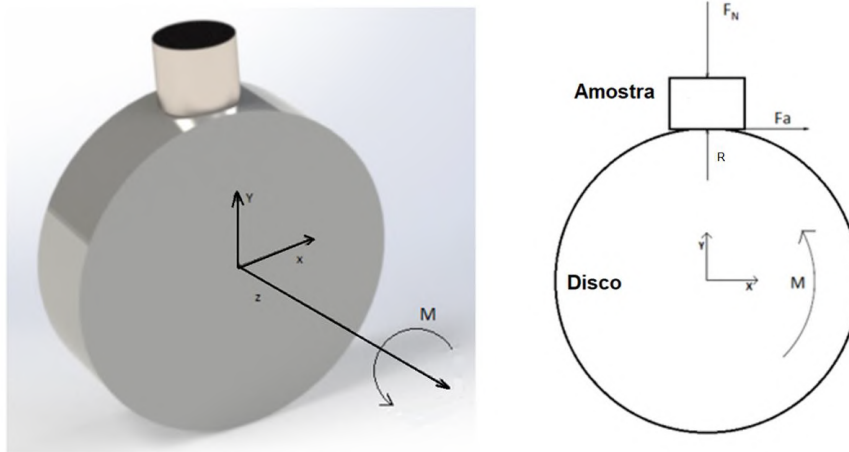


Figura 4.4: Esquema representativo da configuração do tribómetro, sendo F_N a carga normal aplicada, R a força de reação normal, F_a a força de atrito e M o momento aplicado ao disco.

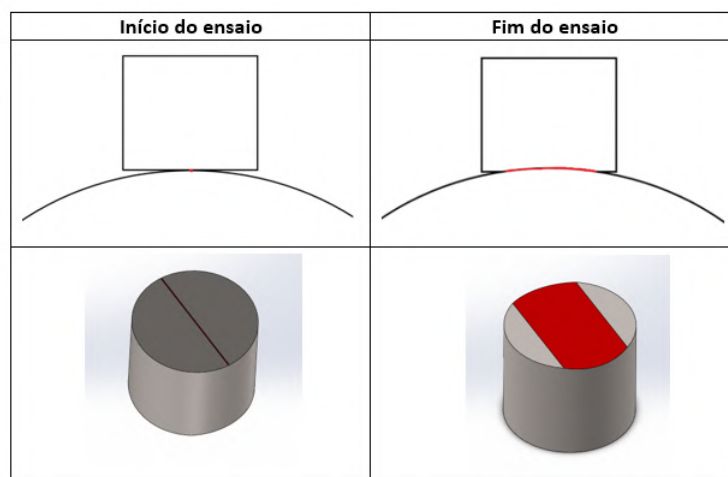


Figura 4.5: Evolução da área de contacto na amostra (vermelho) entre o início e o fim do ensaio.

4.2.1 Melhoramentos no tribómetro

Após a conceção deste tribómetro, foram feitos alguns melhoramentos tanto a nível de eficácia de trabalho como de segurança para outros projetos. Durante os ensaios, percebeu-se que o eixo de rotação sobre o qual o material antagonista gira, deslocava-se lentamente na horizontal prejudicando os resultados dos ensaios, sendo que é suposto todo o sistema ser estático. Desmontou-se todo o mecanismo, onde se separou o eixo do resto dos componentes, levando o mesmo a um centro de maquinagem onde foi torneado numa pequena secção, de modo a inserir-se um anel elástico. Na figura 4.6 está representado o resultado final após a colocação do anel e a sua montagem.



Figura 4.6: Imagem demonstrativa do eixo depois de montado já com o anel elástico.

Deste modo o anel elástico impossibilitou a movimentação do eixo oferecendo uma resistência sobre a parede metálica. Sugere-se, em trabalhos futuros, inserir-se um botão de emergência que corte a corrente para a prevenção de eventuais perigos durante a utilização deste tribómetro.

4.3 Amostras e discos

O KETRON® PEEK 1000 foi fornecido em forma de varão com 13mm de diâmetro e 1000mm de comprimento. Para a realização dos ensaios optou-se por aproveitar a geometria inicial dos varões reduzindo o diâmetro para 12mm e o seu comprimento para 10mm, Figura 4.7.



Figura 4.7: Amostra de PEEK utilizada nos ensaios.

Estas amostras foram obtidas através do corte do varão, onde posteriormente, passaram por um processo de torneamento de redução do diâmetro de 13mm para 12mm. Foi feito, ainda, um facejamento em ambas as faces para garantir que as superfícies estavam lisas. Os discos de aço AISI 1045 que foram utilizados como contraface, possuem um diâmetro de 50mm e uma largura de 15mm, Figura 4.8.



Figura 4.8: Aço AISI 1045 utilizado nos ensaios.

4.4 Caracterização microgeométrica das amostras e discos

A caracterização microgeométrica das amostras e dos discos foi feita através de um rugosímetro Hommel Tester T1000E representado na Figura 4.9. O funcionamento deste rugosímetro é baseado no tateamento das superfícies por um sistema mecânico de palpagem com agulha de diamante. Esta agulha percorre a zona de uma superfície até encontrar um defeito, originando um sinal elétrico que posteriormente será processado. É necessário posicionar a máquina a zero e predefinir os parâmetros a medir que serão mostrados num ecrã com 8 dígitos. Foram feitas apenas uma medição para cada amostra e contraface com um comprimento de palpagem de 4,8mm.



Figura 4.9: Rugosímetro Hommel Tester T1000E.

4.5 Ensaio tribológicos

Os ensaios foram realizados no tribómetro com configuração de bloco - disco. De seguida realizaram-se os ensaios exploratórios dentro das seguintes condições presentes na seguinte Tabela 4.4. Estes ensaios têm como objetivo compreender e estudar o comportamento do par tribológico quando este é submetido a diferentes cargas e velocidades de deslizamento.

Tabela 4.4: Parâmetros iniciais dos ensaios exploratórios

| Ensaio Nº | Amostras PEEK | | Contraface | Condições de Ensaio | |
|--------------|-------------------|----------------|----------------|---------------------|--------------------------------------|
| | Massa Inicial (g) | Ra (μm) | Ra (μm) | Fn (N) | Velocidade de ~deslizamento (m/s) |
| 1 | 1,618 | 1,14 | 7,73 | 48,748 | 0,78 |
| 2 | 1,616 | 1,2 | 5,06 | 48,748 | 0,78 |
| 3 | 1,622 | 1,23 | 5,82 | 79,944 | 0,78 |
| 4 | 1,621 | 1,16 | 7,7 | 106.960 | 0,78 |
| 5 | 1,628 | 1,17 | 7,25 | 79,944 | 1,56 |
| 6 | 1,624 | 0,98 | 6,99 | 92,893 | 1,56 |
| 7 | 1,62 | 1,23 | 5,32 | 145.671 | 1,82 |
| 8 | 1,619 | 0,94 | 6,95 | 99,903 | 1,56 |

Foi registada a massa final das amostras e as temperaturas nas faces de contacto. Para as amostras 6, 7 e 8 houve um incremento significativo das temperaturas o que limitou as condições de trabalho para o material. Para os restantes ensaios os valores mantiveram-se consoante o esperado para uma amostra com desgaste ideal a ser analisado. Estes resultados estão registados na seguinte Tabela 4.5.

Tabela 4.5: Resultados obtidos dos ensaios exploratórios

| Ensaio Nº | Resultados | | |
|--------------|------------------|-----------------------|-----------------|
| | Ti-Tf (°C) | Massa Final (Kg) | % massa perdida |
| 1 | 24 -24 | 1,617 | 0,06% |
| 2 | 24-24 | 1,611 | 0,31% |
| 3 | 24-75 | 1,608 | 0,86% |
| 4 | 24-83 | 1,602 | 1,17% |
| 5 | 24-76 | 1,611 | 1,04% |
| 6 | 150 nos 7 min | totalmente desgastada | |
| 7 | 140 nos 3:30 min | totalmente desgastada | |
| 8 | 24-100 | totalmente desgastada | |

De forma a otimizar o material disponível, conclui-se que são necessários seis ensaios para o reconhecimento do material. Nestes ensaios são combinadas três pressões de trabalho com duas velocidades, dentro das gamas de valores referenciados, obtidos através dos ensaios exploratórios e da revisão bibliográfica, Tabela 4.6.

Tabela 4.6: Valores de referência para os ensaios.

| Valores Referenciados | |
|------------------------------|-----------------|
| Pressão/Força | 0 - 79,944 N |
| Velocidade de deslizamento | 0,5 - 1,5 m/s |
| Rugosidade | 0 - 1,4 μm |
| Temperatura | 0 - 140 °C |

Cada um destes parâmetros foi definido pelas seguintes condições:

- Pressão/Força - Limitado de 0N a 79,944 N derivado dos ensaios exploratórios, onde houve um crescimento acentuado da temperatura para valores superiores a 79,944N;
- Velocidade de deslizamento - Em alguns ensaios exploratórios com velocidade iguais e superiores a 1,5m/s houve um crescimento rápido da temperatura da superfície, fazendo com que se desgastasse o material por completo;
- Rugosidade - Segundo K. Friedrich *et al* [26] a taxa de desgaste do PEEK aumenta para valores de rugosidade no PEEK superiores a 1,4 μm ;
- Temperatura - A temperatura da amostra não pode superar os 140°C por ser a temperatura vítrea do material, sendo que quando esta é superada o material começa num processo de mudança de fase alterando completamente as suas propriedades iniciais. Esta e outras propriedades do material estão presentes no Apêndice A.

Posto isto, organizou-se a tabela 4.7 que define as condições originais de cada ensaio em específico. Os valores selecionados para as velocidades de deslizamento são de 0,5m/s e 1 m/s variando a força de trabalho em 21,790N, 34,740N e 48,748N para uma distância fixa de 1000m.

Tabela 4.7: Condições iniciais dos ensaios.

| Ensaio Nº | Amostras PEEK | | Contraface | Condições de Ensaios | |
|--------------|-------------------|----------------|----------------|----------------------|--------------------------------------|
| | Massa Inicial (g) | Ra (μm) | Ra (μm) | Fn (N) | Velocidade de ~deslizamento (m/s) |
| 1 | 1,6262 | 0,96 | 7,73 | 21,790 | 1 |
| 2 | 1,6187 | 1,33 | 5,06 | 34,740 | 1 |
| 3 | 1,6183 | 1 | 5,82 | 48,748 | 1 |
| 4 | 1,6218 | 1,28 | 7,7 | 21,790 | 0,5 |
| 5 | 1,6164 | 1,25 | 6,76 | 34,740 | 0,5 |
| 6 | 1,6163 | 0,99 | 3,12 | 48,748 | 0,5 |

Antes de cada ensaio, limpou-se cuidadosamente cada amostra e disco com álcool etílico. Utilizou-se uma balança analítica Metler GR200 para se fazer a medição da massa de cada amostra, que possui uma resolução de 0,1mg e uma capacidade máxima de 210g, Figura 4.10.



Figura 4.10: Balança analítica Metler GR200.

Após a medição de cada amostra, passou-se para a preparação do tribómetro. Inicialmente ligaram-se as duas tomadas do equipamento, sendo estas a variador de frequência e a tomada do comando da placa. Posteriormente, pressionou-se o botão start e regulou-se a velocidade de rotação do motor no potenciômetro visível no ecrã LCD, confirmando este valor com o tacómetro. Quando atingida a velocidade desejada, desligou-se novamente o equipamento para colocar-se os pesos na barra e a amostra no porta-amostras. Ligou-se novamente o botão start e, com o auxílio de um cronómetro, foi feita a contagem do tempo necessário para o ensaio. Por fim, desligou-se o tribómetro, desmontou-se e limpou-se o sistema, para posteriormente se repetir o mesmo procedimento nas amostras seguintes. Este processo está explicado de uma forma mais explícita no manual de utilização do tribómetro presente no Apêndice B. Na Figura 4.11, podem ser observadas as seis amostras com as respetivas contrafaces de aço AISI 1045.



Figura 4.11: Estado das amostras e respetivos discos após a submissão dos ensaios.

4.5.1 Cálculo do coeficiente de desgaste

Para o cálculo ΔV utilizou-se a seguinte equação:

$$\Delta V = \frac{\Delta M}{\rho} \quad [mm^3] \quad (4.1)$$

com ΔM a corresponder à perda de massa e ρ à massa volúmica. O coeficiente de desgaste (W) determinou-se através da distância de deslizamento (L), da carga normal aplicada (F_n) e do volume desgastado (ΔV) a partir da seguinte equação:

$$W = \frac{\Delta V}{L * F_n} \quad [mm^3/(N.m)] \quad (4.2)$$

4.6 Análise das superfícies desgastadas

Para uma melhor compreensão do comportamento tribológico dos materiais foi essencial realizar-se uma análise as superfícies que estiveram presentes nos ensaios tribológicos. Com esta análise, procurou-se estabelecer uma relação entre os fatores de entrada (Ex: Velocidade de deslizamento, pressão de trabalho, etc.) e os fatores de saída (Ex: Coeficiente de desgaste e dimensão fractal) para o PEEK.

Numa primeira fase, fez-se uma inspeção às superfícies desgastadas através do microscópio ótico para uma observação mais nítida dos mecanismos de desgaste presentes entre o par tribológico KETRON PEEK 1000-Aço AISI 1045. Posteriormente, fez-se uma inspeção geral do estado superficial das amostras e a obtenção de imagens demonstrativas do mesmo. Por fim, utilizou-se uma técnica inovadora que incidiu no recurso à microscopia digital, baseada na aquisição e processamento digital de imagens provenientes de um microscópio ótica, com a finalidade de quantificar as variações topográficas através da determinação da dimensão fractal.

4.6.1 Observação por microscopia ótica

Nesta fase, foi realizada a observação das superfícies através do microscópio ótico. O microscópio utilizado é um modelo Leica e pertence à série EZ4 W (Figura 4.12) que contém uma lupa estereoscópica. Possui também um conjunto de objetivas capaz de fazer ampliações de 8X a 35X. Recorreu-se ao uso do microscópio Leica, para identificar os diferentes mecanismos de desgaste dominantes.



Figura 4.12: Microscópio Leica série EZ4 W.

4.6.2 Caracterização topográfica

Para a caracterização topográfica foi utilizada uma técnica que envolve o tratamento de imagem a imagens obtidas através do microscópio ótico. Para tal, utilizou-se o termo dimensão fractal para quantificar as irregularidades de cada superfície presente nas imagens. Para o cálculo da dimensão fractal foi utilizado mapas de elevação 3D das superfícies das amostras, obtidas pela técnica "*Extended Depth of Focus*"(EDF). Obteve-se uma sequência de imagens progressivamente focadas com intervalos de deslocamentos verticais iguais a partir de uma câmara digital integrada num microscópio ótico.

Na primeira fase, utilizou-se uma câmara digital integrada num microscópio ótico Nikon Eclipse Lv150 para a obtenção da sequência de imagens. Todas as imagens foram obtidas com uma resolução de 1260X960 pixéis, tendo sido utilizado uma objetiva de 10X que permitiu uma ampliação total de 100X. Em cada uma das regiões foram obtidas sequências de imagens, com um intervalo de deslocamento vertical de $5\mu m$. Foram retiradas cerca de 20 a 30 imagens para cada uma das sequências. Na figura 4.13 está representado o microscópio utilizado.



Figura 4.13: Microscópio Nikon Eclipse Lv150.

De seguida utilizou-se o *plugin* "*Stack Focuser*" do NIH ImageJ para a criação da imagem com os pixéis de maior foco. Por fim, criou-se os respetivos mapas de elevação 3D e calculou-se a dimensão fractal com o *plugin* "*Map Fractal Count*" disponível no NIH ImageJ. Na seguinte Figura 4.14, está representado todo o processo aqui mencionado. Para cada amostra dividiu-se a zona de desgaste em quatro subzonas onde se aplicou o mesmo processo obtendo um mapa de elevação para cada uma das respetivas zonas, Figura 4.15.

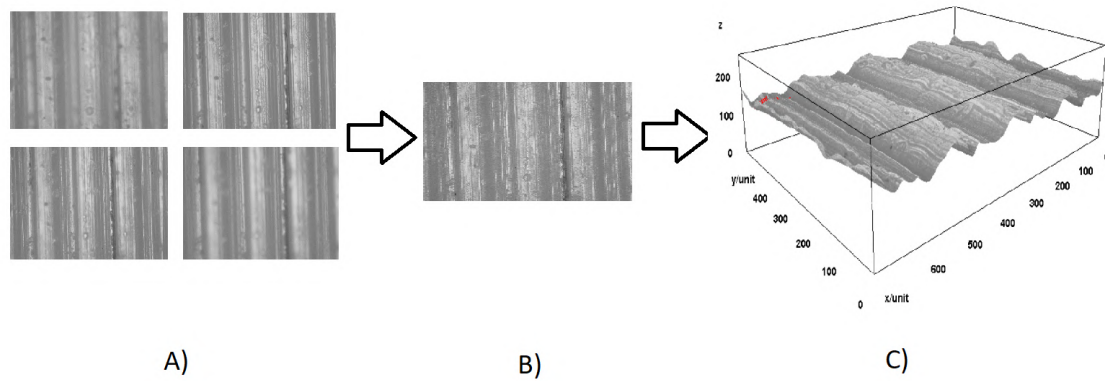


Figura 4.14: Exemplo de uma reconstrução superficial obtida pelo método EDF, com a) a corresponder à sequência de imagens, b) à imagem contruída com as regiões de pixéis melhor focados da seqüência anterior e c) à representação tridimensional da superfície.

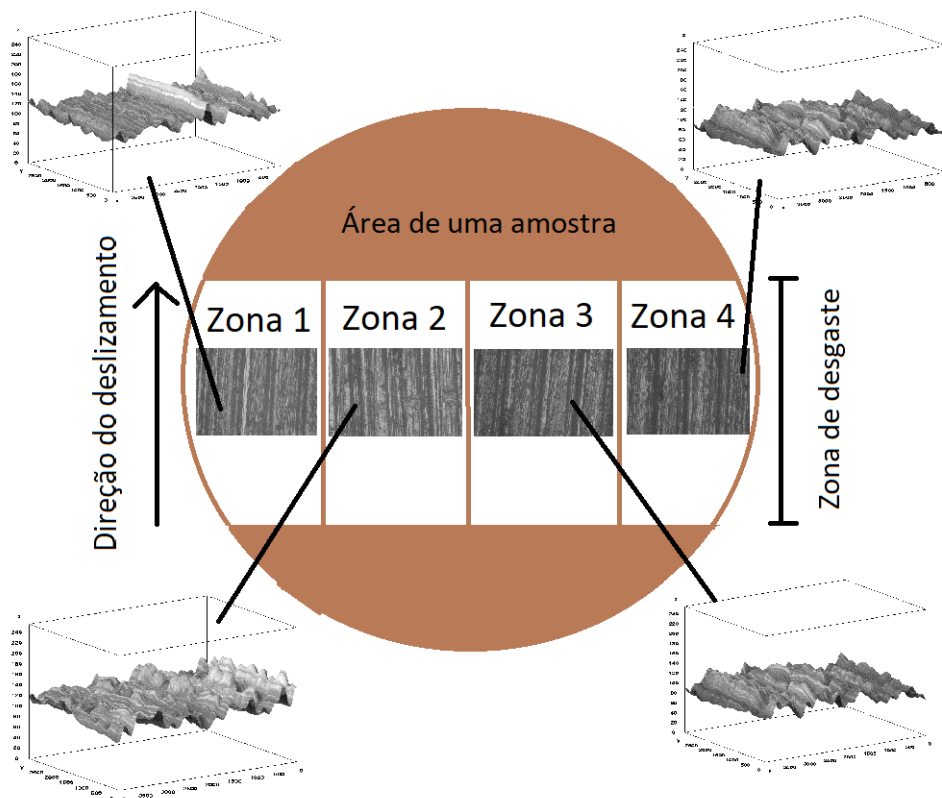


Figura 4.15: Exemplo ilustrativo dos mapas de elevação 3D distribuídos em quatro regiões ao longo da superfície desgastada da amostra.

Capítulo 5

Resultados obtidos e sua discussão

5.1 Resultados obtidos e sua discussão

Neste capítulo serão apresentados, analisados e discutidos os resultados obtidos do estudo tribológico ao PEEK. Este estudo tem como objetivo avaliar o comportamento tribológico do PEEK em função do seus níveis de desgaste através da microscopia digital.

Este capítulo encontra-se estruturado em 3 seções, consoante as fases de trabalho desenvolvido:

- Análise ao desgaste causado pelos ensaios tribológicos nas amostras de KETRON PEEK 1000. Estudou-se a influência da carga normal, velocidade de deslizamento e temperatura sobre a taxa de desgaste;
- Identificação dos mecanismos de desgaste a partir de imagens obtidas pelo microscópio ótico das superfícies desgastada;
- Quantificação das variações topográficas obtidas pelas amostras, com base na determinação dos valores de dimensão fractal, através da microscopia digital.

5.1.1 Análise do desgaste

Nesta secção foi estudado o coeficiente de desgaste do PEEK sobre a influência das condições de ensaio, nomeadamente a velocidade de deslizamento e a pressão de trabalho. Na tabela 5.1 encontram-se presentes os resultados obtidos dos ensaios realizados nas amostras de KETRON PEEK 1000. É possível observarem-se os valores relativos à perda de massa (ΔM), perda de volume (ΔV) com o seu respetivo valor de coeficiente de desgaste (W).

Tabela 5.1: Resultados de taxas de desgaste a partir dos valores de perda de massa e perda de volume para o KETRON PEEK 1000.

| Ensaio | Condições | ΔM (g) | ΔV (mm ³) | W (mm ³ /N.m) |
|--------|-------------------|-------------------|----------------------------------|-----------------------------|
| 1 | 1 m/s - 21,79N | 0,0021 | 1,603 | $7,35 \times 10^{-5}$ |
| 2 | 1 m/s - 34,74N | 0,0044 | 3,358 | $9,66 \times 10^{-5}$ |
| 3 | 1m/s - 48,748N | 0,0066 | 5,038 | $10,33 \times 10^{-5}$ |
| 4 | 0,5 m/s - 21,79N | 0,0013 | 0,992 | $4,55 \times 10^{-5}$ |
| 5 | 0,5 m/s - 34,74N | 0,0022 | 1,679 | $4,83 \times 10^{-5}$ |
| 6 | 0,5 m/s - 48,748N | 0,0022 | 1,679 | $3,44 \times 10^{-5}$ |

Os valores de coeficiente de desgaste têm a mesma ordem de grandeza que os valores referenciados na revisão bibliográfica, dados pelos autores X. Pei *et al.*[69] e L. Lin *et al.*[35], o que comprova a sua viabilidade.

Através da análise da Tabela 5.1 verifica-se que o valor mais baixo para o coeficiente de desgaste ($3,44 \times 10^{-5}$ mm³/N.m) é dado para condições de ensaio de 0,5m/s e 48,748N e que o valor mais alto de coeficiente de desgaste ($10,33 \times 10^{-5}$ [mm³/N.m]) é dado para as condições mais severas de 1m/s a 48,748N. É possível observar-se um declínio da taxa de desgaste do ensaio 5 para o ensaio 6. Uma das possíveis razões que levou a esta ultima observação, pode ter a ver com a diferença significativa no valor da rugosidade da contraface do ensaio 6 em comparação com os restantes ensaios, dado que no ensaio 6 tem-se um valor de $3,12 \mu m$ e nos restantes ensaios uma média de $6,22 \mu m$, o que acaba por ser um valor duas vezes superior. Esta observação comprova o estudo de Friedrich *et al.* em que maiores níveis de rugosidades em contrafaces de aço promovem o desgaste no PEEK.

Os resultados obtidos neste estudo sugerem que para esta gama de cargas e velocidades, com o intensificar das condições, as taxas de desgaste tornam-se superiores, tal como está demonstrado pela maioria dos autores na revisão bibliográfica. Nas próximas Figura 5.1 e Figura 5.2 tem-se a representação grafica do comportamento da taxa de desgaste em função, respetivamente, da carga normal e da velocidade de deslizamento.

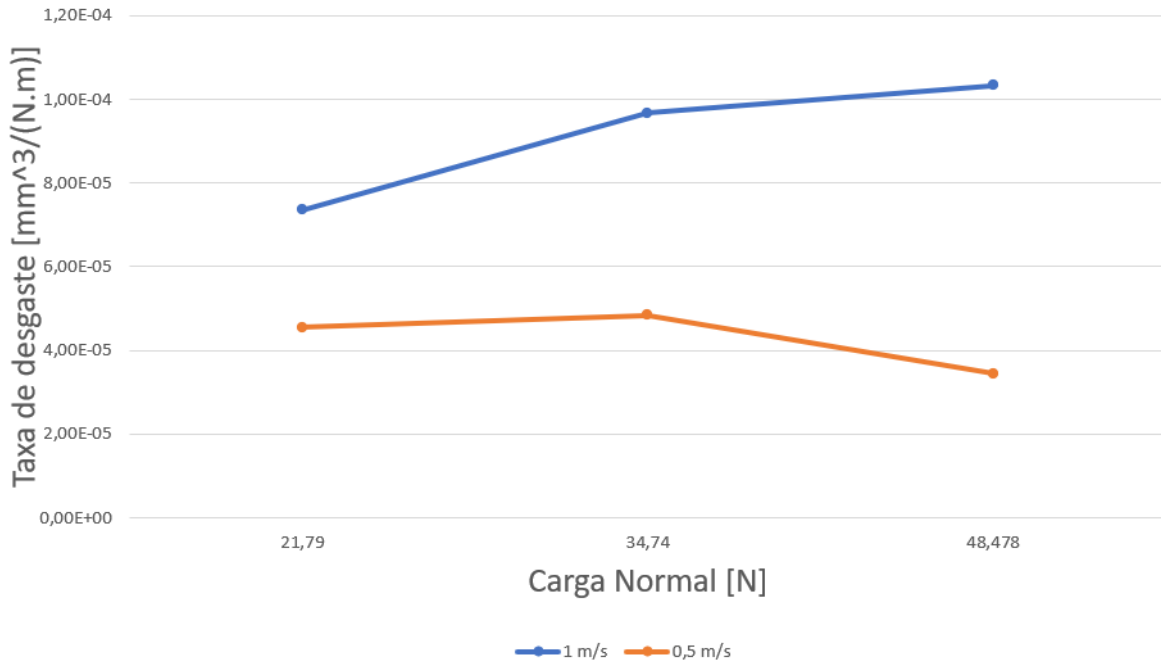


Figura 5.1: Relação da taxa de desgaste com pressão de trabalho para o KETRON PEEK 1000.

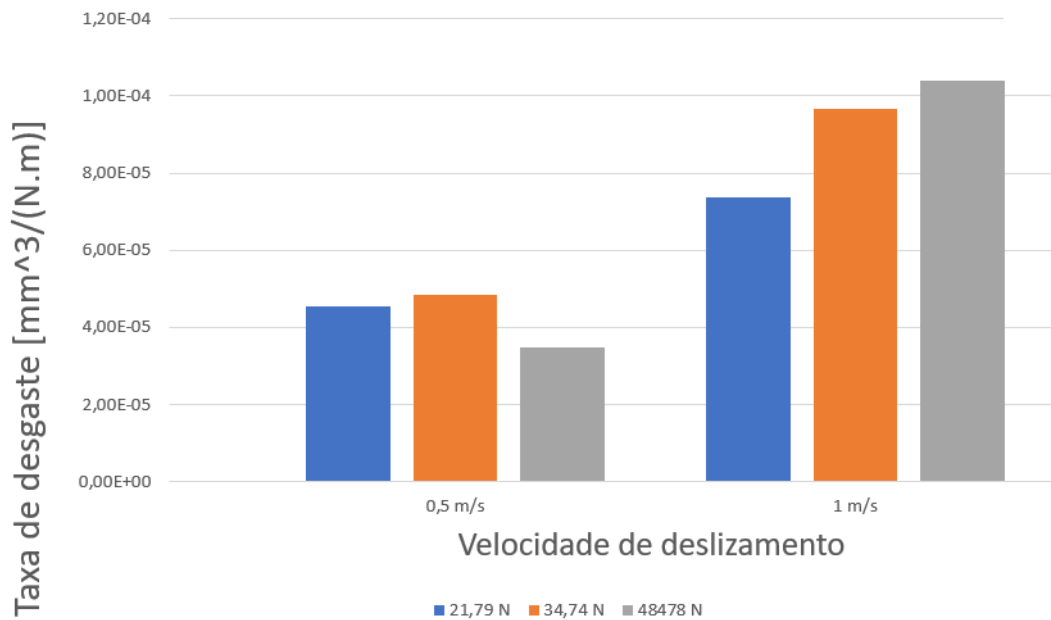


Figura 5.2: Relação da taxa de desgaste com velocidade de deslizamento para o KETRON PEEK 1000.

Na próxima Tabela 5.2 estão ainda registados alguns valores adicionais retirados após os ensaios.

Tabela 5.2: Valores registados após ensaios para o KETRON PEEK 1000.

| Ensaio | Ti-Tf (°C) | Massa Final (g) | % massa perdida | Tempo de expêriencia |
|--------|------------|-----------------|-----------------|----------------------|
| 1 | 23,2-43,2 | 1,6241 | 0,13% | 16,5 min |
| 2 | 23,2-61,3 | 1,6143 | 0,27% | 16,5 min |
| 3 | 25,4-75,6 | 1,6117 | 0,41% | 16,5 min |
| 4 | 25-32,4 | 1,6205 | 0,08% | 33 min |
| 5 | 25,1-34,9 | 1,6142 | 0,14% | 33 min |
| 6 | 26,2-32,6 | 1,6141 | 0,14% | 33 min |

Segundo Zhang *et al.*[24] a temperatura de contacto é um dos fatores limitantes mais importantes para os ensaios tribológicos no PEEK, derivado das temperaturas vítrea e de fusão, que após superadas levam a potenciais alterações no estado físico do material. Como a força de trabalho e a velocidade de deslizamento são dois dos fatores que fortemente influenciam este fenómeno, decidiu-se contemplar neste estudo com uma representação gráfica do aumento da temperatura em função dos mesmos, Figura 4.3.

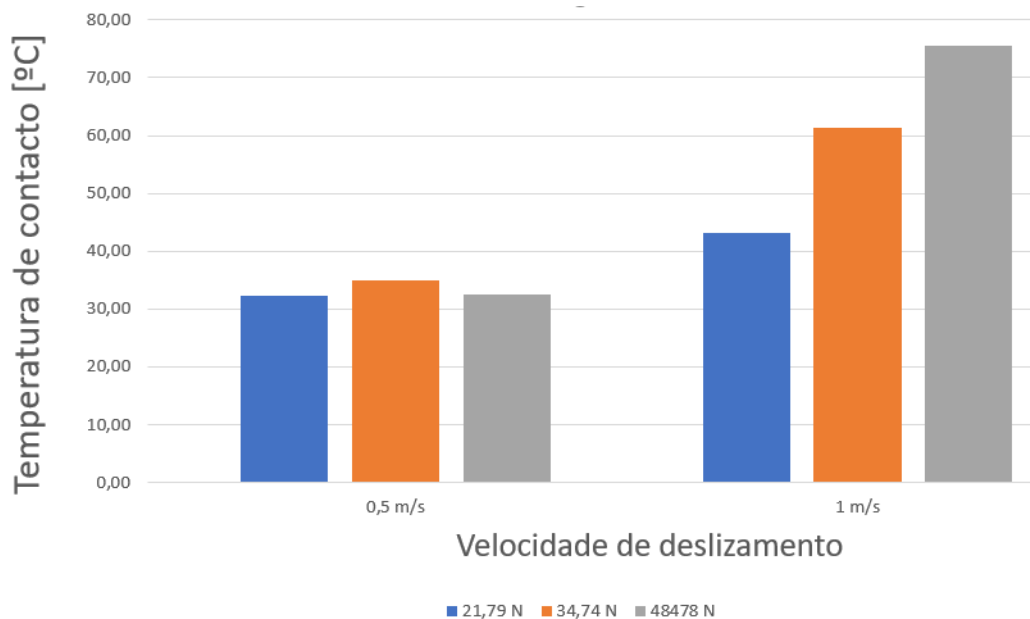


Figura 5.3: Relação da temperatura de contacto com velocidade de deslizamento e pressão de trabalho para o KETRON PEEK 1000.

O aumento da temperatura é gradual com o aumento da pressão e da velocidade de deslizamento, tal como Zhang *et al.* [24] demonstrou, tirando o ensaio 6 que apresenta um declínio na temperatura, onde possivelmente o valor da rugosidade teve uma forte influencia, tal como já foi explicado anteriormente. Pode-se concluir, ainda, que o aumento da temperatura é mais influenciado pela velocidade de deslizamento do que pela pressão de trabalho.

5.1.2 Identificação dos mecanismos de desgaste

Nas próximas figuras estão representadas as superfícies desgastadas de cada amostra com as suas respectivas contrafaces.

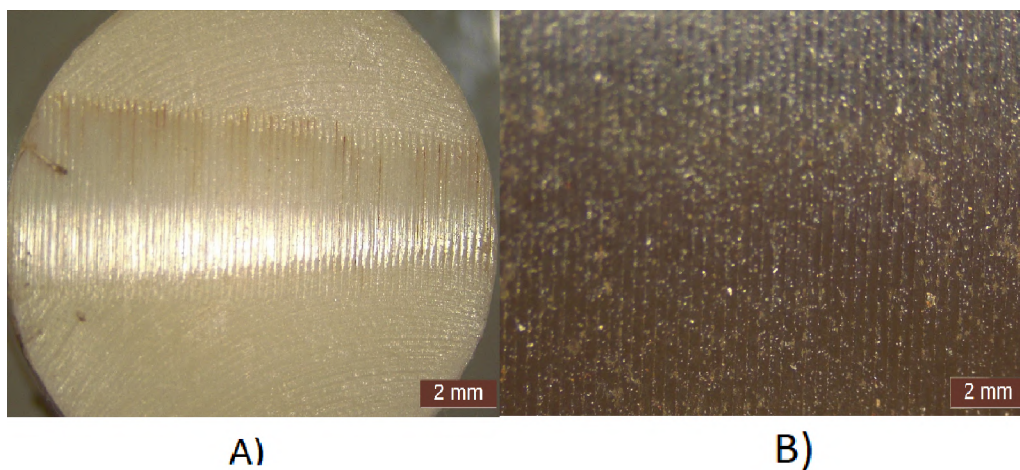


Figura 5.4: Superfície desgastada da amostra (A) nº 1 com a sua respetiva contraface (B) para as condições de trabalho 1m/s e 21,79N

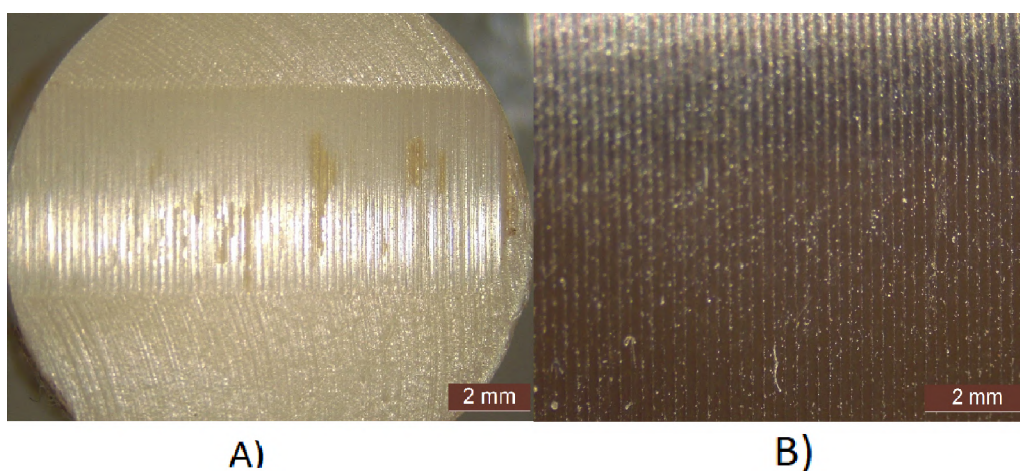


Figura 5.5: Superfície desgastada da amostra (A) nº 2 com a sua respetiva contraface (B) para as condições de trabalho 1m/s e 34,74N

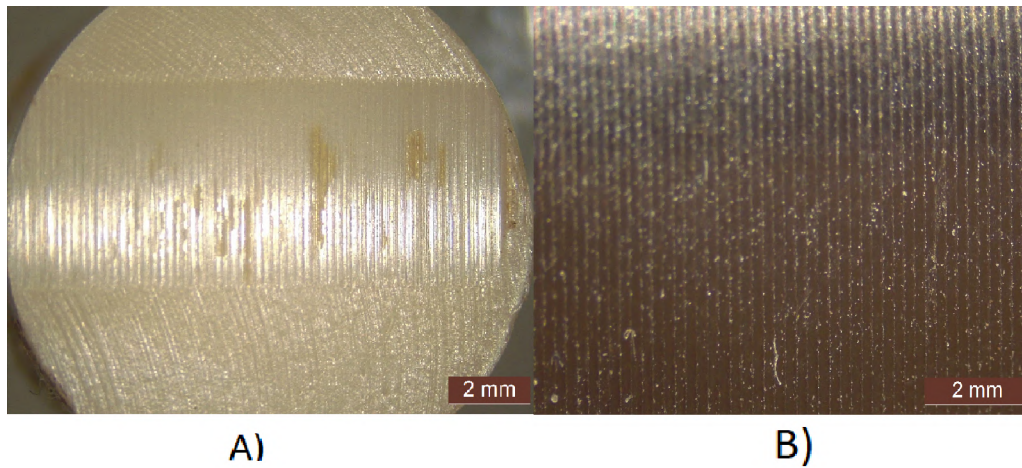


Figura 5.6: Superfície desgastada da amostra (A) nº 3 com a sua respetiva contraface (B) para as condições de trabalho 1m/s e 48,748N

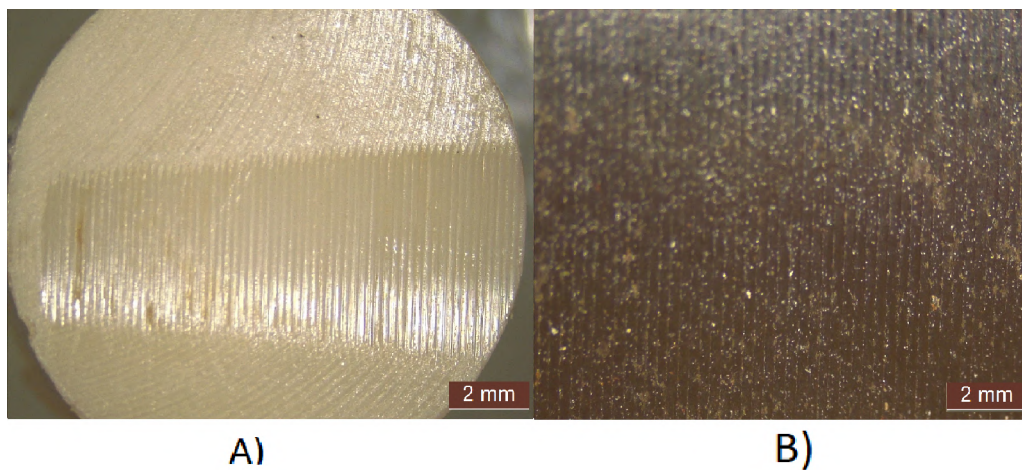


Figura 5.7: Superfície desgastada da amostra (A) nº 4 com a sua respetiva contraface (B) para as condições de trabalho 0,5m/s e 21,79N

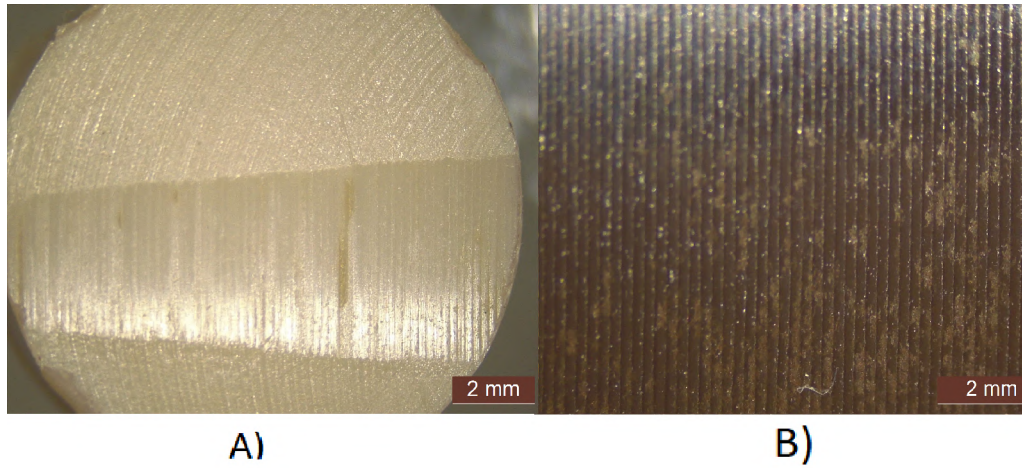


Figura 5.8: Superfície desgastada da amostra (A) nº 5 com a sua respetiva contraface (B) para as condições de trabalho 0,5m/s e 34,74N

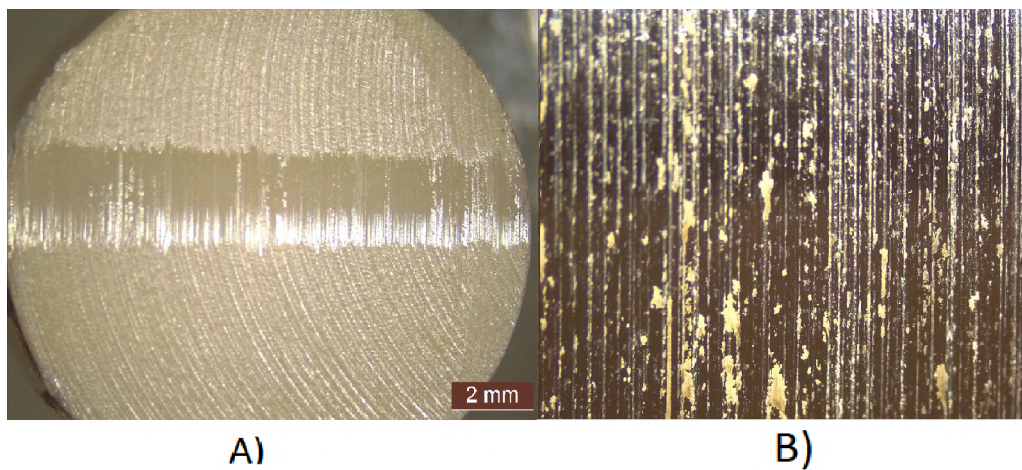


Figura 5.9: Superfície desgastada da amostra (A) nº 6 com a sua respetiva contraface (B) para as condições de trabalho 0,5m/s e 48,748N

Como apenas foi possível obterem-se imagens através do microscópio ótico, estas imagens não estão numa escala suficientemente baixa para se observarem todos os índices de mecanismos de desgaste presentes nas superfícies. Contudo, observa-se que a secção de corte não foi constante em alguns dos ensaios, isto deve-se ao aumento da pressão de trabalho. Com o aumento da pressão de trabalho, existe um aumento da área real de contacto que irá favorecer uma secção de desgaste continua ao longo da superfície do PEEK.

Foi possível identificar os mecanismos de desgaste mais predominantes, como é o caso da adesão. Em todas as contrafaces pode-se observar a presença de pequenas partículas de cor acastanhada, sendo que estas são identificadas como partículas de KETRON PEEK 1000. Para o ensaio 6 esta quantidade de partículas é bastante superior em relação aos restantes ensaios. Nas superfícies do PEEK uma parte do material foi desgastada por abrasão, sendo possível observarem-se pequenas crateras na direção do deslizamento, comprovando o estudo de Fu *et al.*[20]. Estas crateras também são maiores para o ensaio 6.

Um dos fatores que poderá justificar esta diferença de resultados do ensaio 6 para os restantes é o nível de rugosidade na contraface ser significativamente inferior aos restantes ensaios. Este ensaio demonstra que existe a possibilidade da rugosidade ser um dos fatores mais importantes quanto à aparição dos mecanismos de desgaste nas superfícies do KETRON PEEK 1000. Na próxima Figura 5.10 estão identificados estes mecanismos de desgaste.

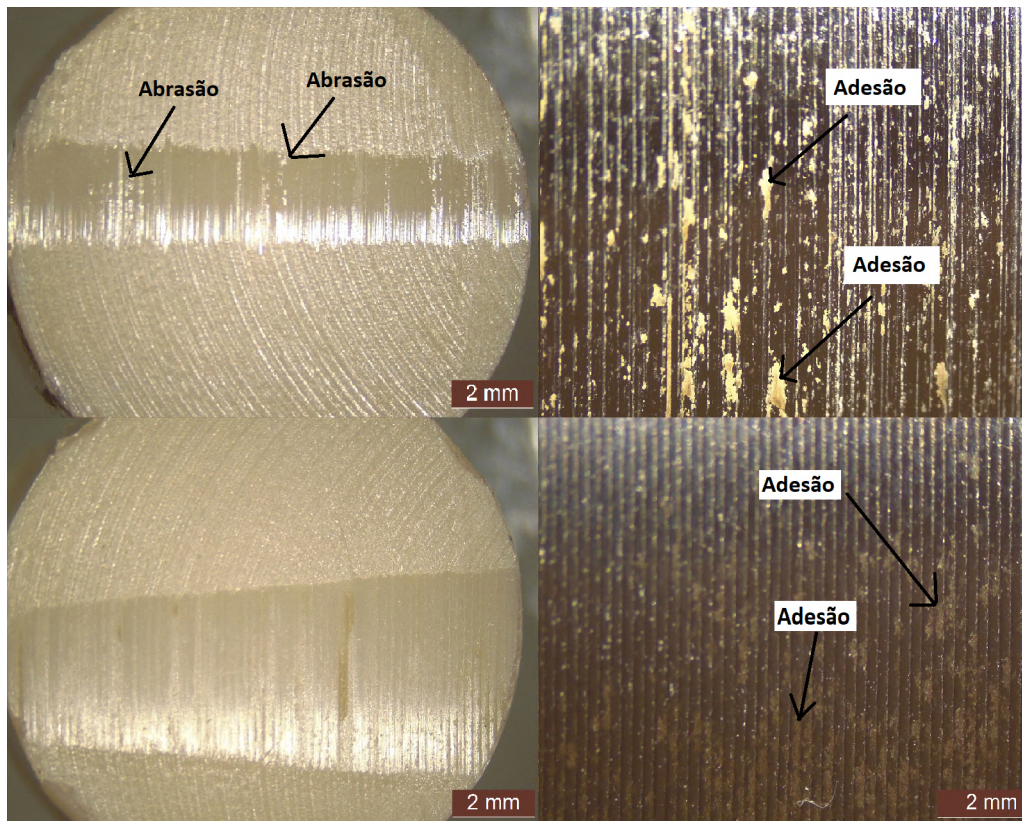


Figura 5.10: Mecanismos de desgaste presentes nas superfícies desgastadas para as faces de KETRON PEEK 1000 e do aço AISI 1045

5.1.3 Caracterização topográfica

Nesta secção são analisados quantitativamente as variações topográficas após o desgaste das amostras, através do cálculo da dimensão fractal. A partir das Figuras 5.11 e 5.12 pode-se observar as representações 3D das superfícies do KETRON PEEK 1000 para os ensaios 6 e 3. Encontram-se apenas aqui representados estes exemplos por serem as condições que obtiveram os valores de taxas de desgates superior e inferior. As restantes representações estão no Apêndice C juntamente com as suas respetivas imagens focadas.

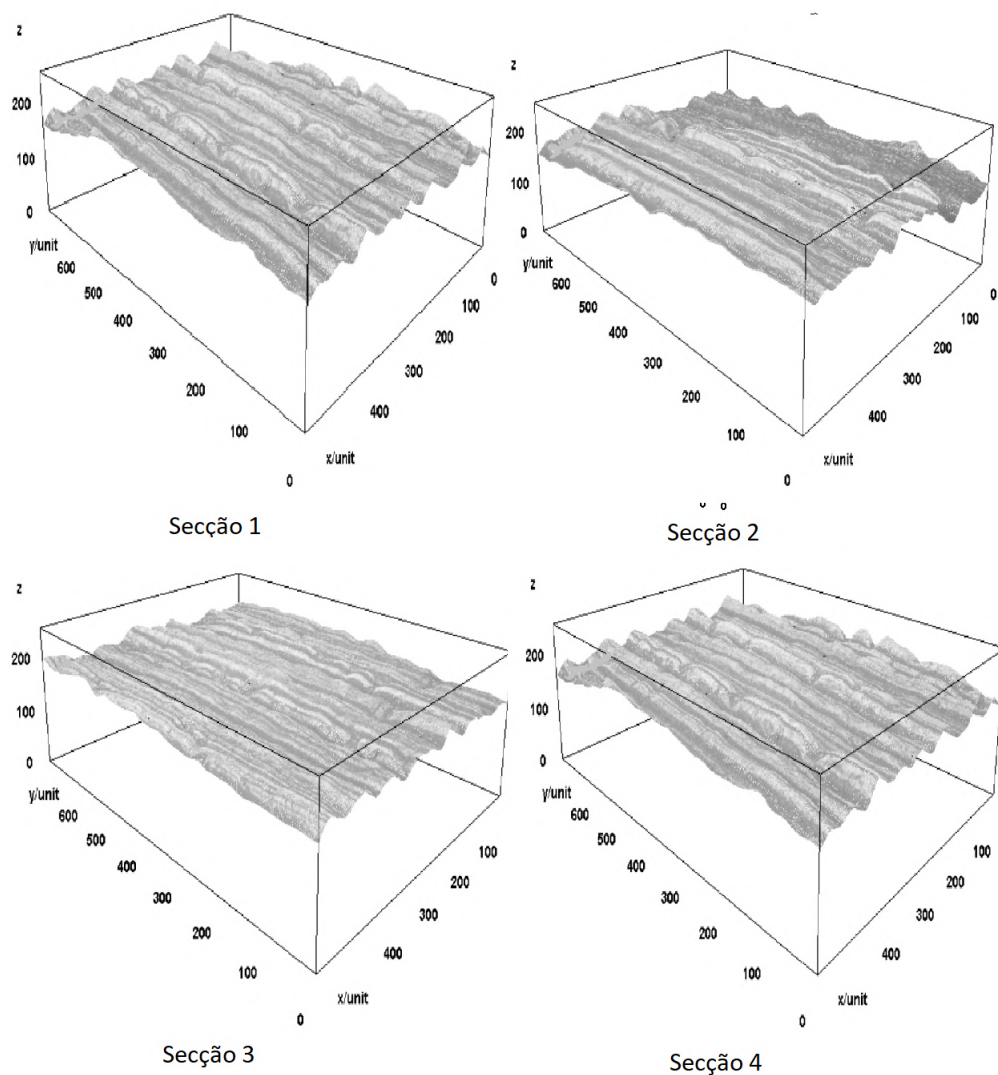


Figura 5.11: Representações 3D da superfície desgastada da amostra 3 de KETRON PEEK 1000.

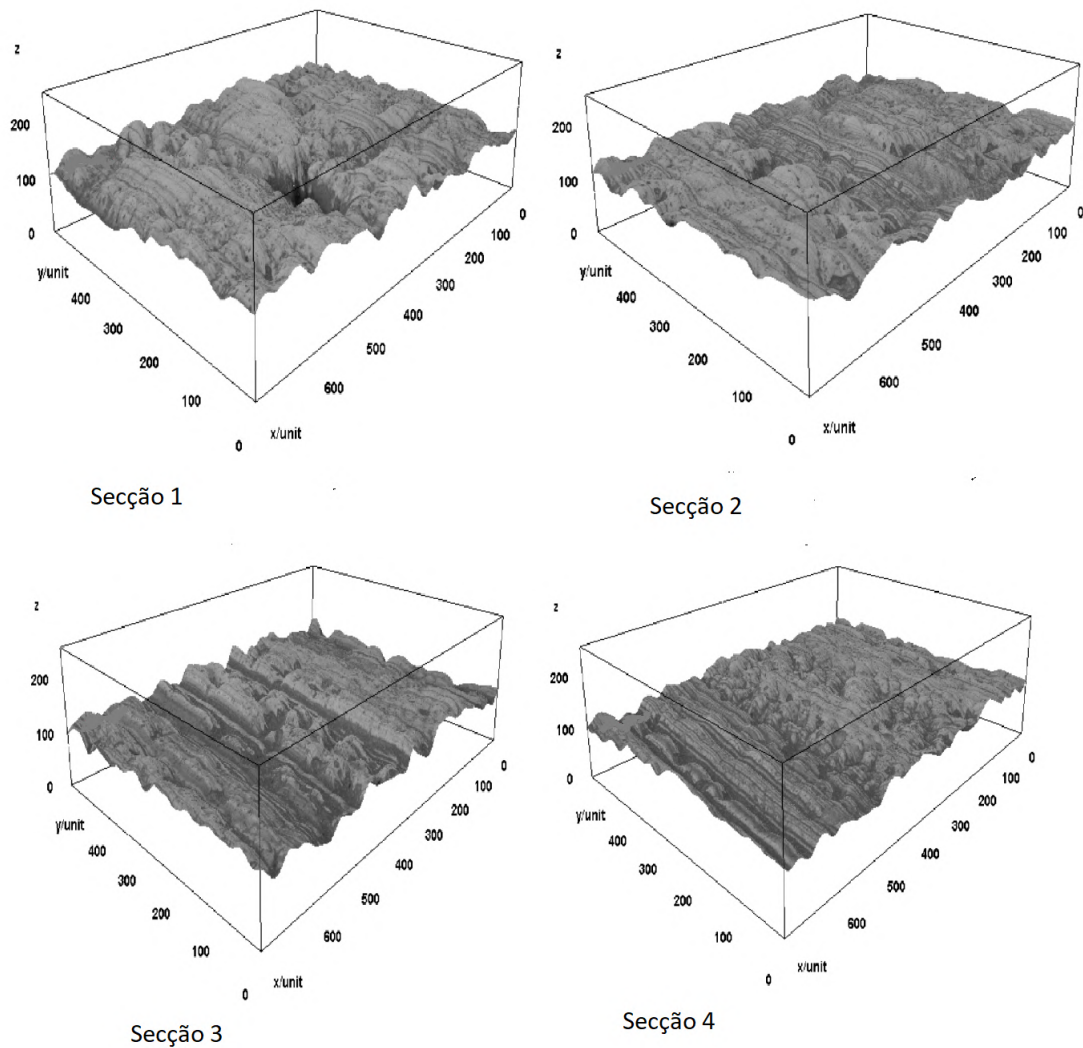


Figura 5.12: Representações 3D da superfície desgastada da amostra 6 de KETRON PEEK 1000.

Através da comparação das Figuras, consegue-se observar que existe muitas mais zonas com variações de altos e baixos presentes na amostra 3 do que na amostra 6 o que justifica um número fractal inferior para a amostra 6. Na próxima Tabela 5.3 estão os valores de dimensão fractal de cada uma das superfícies analisadas.

Tabela 5.3: Valores de dimensão fractal para cada região em cada ensaio.

| Ensaio | Condições | Região 1 | Região 2 | Região 3 | Região 4 |
|--------|-------------------|----------|----------|----------|----------|
| 1 | 1 m/s - 21,79N | 2,3599 | 2,3551 | 2,3382 | 2,3499 |
| 2 | 1 m/s - 34,74N | 2,3409 | 2,3700 | 2,3606 | 2,3607 |
| 3 | 1 m/s - 48,748N | 2,4088 | 2,4286 | 2,3799 | 2,4026 |
| 4 | 0,5 m/s - 21,79N | 2,2608 | 2,2365 | 2,2346 | 2,2659 |
| 5 | 0,5 m/s - 34,74N | 2,2949 | 2,2935 | 2,2563 | 2,3128 |
| 6 | 0,5 m/s - 48,748N | 2,2154 | 2,2287 | 2,2325 | 2,2164 |

Posteriormente foi calculado o valor médio de cada uma das amostras que levou à concepção de gráficos ilustrados nas Figuras 4.13 e 4.14 que demonstram, respetivamente, a variação da dimensão fractal em função da pressão de trabalho, velocidade de deslizamento e taxa de desgaste.

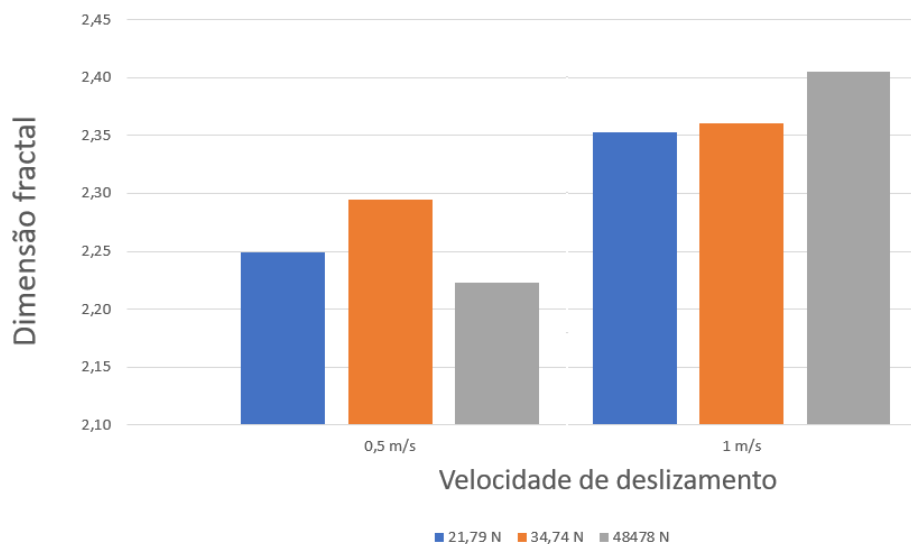


Figura 5.13: Efeito da pressão de trabalho e da velocidade de deslizamento para a dimensão fractal em superfícies desgastadas de KETRON PEEK 1000.

Como era de esperar, pode-se observar a partir da Figura 5.13 que, com o aumento de ambas as condições de trabalho existe um aumento progressivo da dimensão fractal. Mais uma vez, observa-se pelas condições estabelecidas para o ensaio 6 (0,5 m/s - 48,748N), que a variação da rugosidade na contraface poderá influenciar este parâmetro.

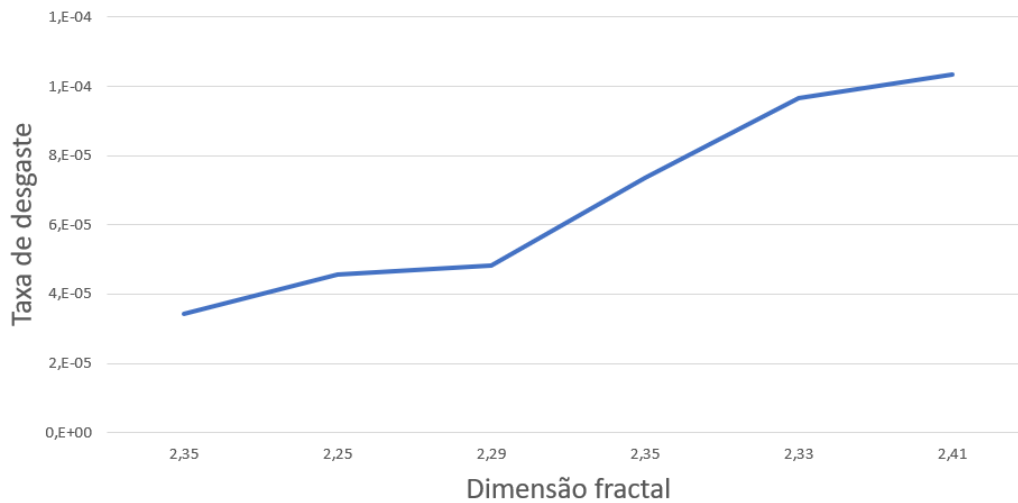


Figura 5.14: Efeito da taxa de desgaste para a dimensão fractal em superfícies desgastadas de KETRON PEEK 1000.

Com a observação da Figura 5.14, conclui-se que para valores de taxa de desgaste superiores existe um aumento nos valores de dimensão fractal. Existe a proximidade a uma relação de linearidade.

Um dos métodos de viabilizar estes valores seria por comparação da evolução dos níveis de rugosidade da superfície desgastada do PEEK e da sua contraface. Não foi possível fazer-se esta medição, pois o rugosímetro utilizado não obtinha as gamas de valores necessárias para esta avaliação. Como tal, recorreu-se à interpretação de dados e comparação dos mesmos a partir da revisão bibliográfica.

Zhang *et al.*[64] analisaram a superfície desgastada de PEEK com uma contraface de aço, através de imagens obtidas por SEM (Scanning Electron Microscopy) e calcularam a dimensão fractal através de um gradiente de regressão linear. Obtiveram-se os seguintes valores para as seguintes pressões de trabalho presentes na Figura 5.15.

| Pressure (MPa) | 1 | 3 | 7 | 8 |
|---|------|------|-------|-------|
| \dot{w}_s ($10^{-6} \text{ mm}^3 \text{ N}^{-1} \text{ m}^{-1}$) | 7.20 | 7.00 | 12.92 | 18.13 |
| D_F | 1.22 | 1.23 | 1.34 | 1.38 |

*Slicing velocity $v = 1 \text{ m s}^{-1}$

Figura 5.15: Valores de pressão de trabalho e dimensão fractal no estudo de Zhang *et al.*[64].

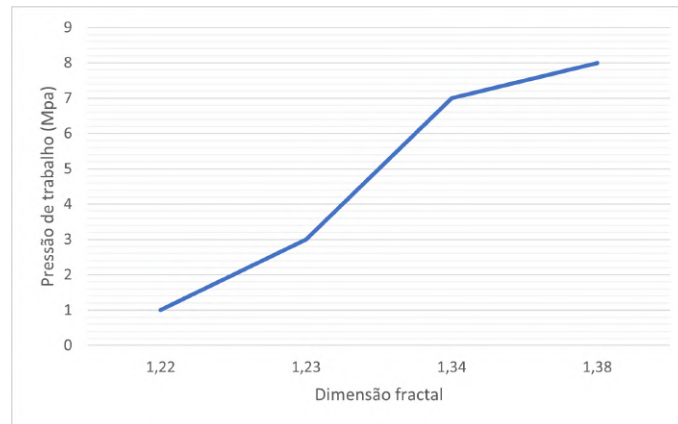


Figura 5.16: Relação entre os valores de trabalho .

Esta avaliação revela que em ambos os estudos existe um aumento linear de ambas as dimensões fractais com o intensificar das condições de trabalho. Retirando o ensaio 6, no qual a rugosidade da contraface afetou os resultados obtidos, existe um comportamento idêntico entre os dois estudos para o par PEEK e aço. O que implica que esta metodologia da microscopia quantitativa pode apresentar resultados viáveis dentro da tribologia do PEEK.

Com as recentes melhorias tecnológicas, impulsionadas pelo avanço de softwares de tratamento de imagem, levaram à criação de inúmeras metodologias com o uso do microscópio óptico, fazendo com que este gênero de abordagens se torne cada vez mais utilizado para aquisição de dados. Em comparação com o SEM, onde se obtêm imagens mais planas independentemente da profundidade do campo, o MO é capaz de superar essas limitações graças ao foco estendido, que permite tirar várias micrografias em diferentes intervalos de profundidade dentro da mesma área. Hernando *et al.*[70] concluem ainda que o MO em comparação com o SEM apresenta:

- Ampla acessibilidade em ambientes de pesquisa;
- Redução no tempo de obtenção e análise de imagens;
- A aparência tridimensional da imagem resulta numa redução ocular do observador.

Capítulo 6

Conclusões

6.1 Conclusões

Ao longo do presente trabalho, foram realizados vários estudos que visaram a compreensão do comportamento ao desgaste do KETRON PEEK 1000. Este estudo dividiu-se em três tipos de análise: "Análise ao desgaste", "Identificação dos mecanismos de desgaste" e "Caracterização topográfica".

Na primeira fase do trabalho foi estudada a influência das condições de trabalho sobre o KETRON PEEK 1000. Utilizou-se um tribómetro com configuração bloco sobre disco, tendo sido utilizado como contraface um disco de aço AISI 1045. As amostras foram sujeitas a seis condições de trabalho com velocidades de deslizamento, 0.5m/s e 1m/s, e pressões de trabalho, 21.79N, 34.74N e 48.748N, variáveis para uma distância de deslizamento de 1000m. O cálculo do coeficiente de desgaste levou às seguintes conclusões:

- Verificou-se que a taxa de desgaste aumenta com o aumento das condições de trabalho;
- Os valores de desgaste para o KETRON PEEK 1000 variaram entre os $3,44 \times 10^{-5}$ [mm³/(N.m)] e os $10,33 \times 10^{-5}$ [mm³/(N.m)] com a variação dos parâmetros de entrada;
- Verificou-se que a temperatura aumenta significativamente com o aumento de ambas as condições de trabalho, onde a velocidade de deslizamento mostrou uma maior influência;

Na segunda fase do trabalho, com recurso ao microscópio ótico, foram estudados os mecanismos de desgaste dominantes nas contrafaces de aço e no PEEK. As conclusões obtidas foram as seguintes:

- O mecanismo de desgaste mais predominante no KETRON PEEK 1000 foi a abrasão, na contraface foi a adesão;
- A contraface não sofreu qualquer desgaste;
- Pode-se observar uma maior área de abrasão nas faces do polímero com o aumento dos valores de pressão de trabalho e da velocidade de deslizamento.

Na terceira e última fase do trabalho, utilizou-se uma técnica quantitativa para a análise morfológica da superfície desgastada. Nesta técnica recorreu-se à microscopia digital, baseada na aquisição e processamento de imagens obtidas através do microscópio ótico. Fez-se a reconstrução da superfície através da técnica "Extended Depth of Focus", para posteriormente calcular-se a dimensão fractal. Daqui, foram retiradas as seguintes conclusões:

- Com o aumento das condições de trabalho, obtiveram-se valores de dimensão fractal maiores;
- Os valores de dimensão fractal variaram entre 2,2154 e 2,4088;
- A dimensão fractal aumenta, mostrando que o material tem tendência a ficar cada vez mais rugoso com o aumento das condições de trabalho.

Foi possível comprovar que o comportamento tribológico do PEEK está dentro dos valores registados pela revisão bibliográfica e a que a microscopia digital é uma ferramenta capaz de estudar as superfícies em PEEK para estabelecer relações entre os inputs e os outputs do sistema tribológico .

6.2 Trabalhos futuros

Para complementar os resultados obtidos, como trabalhos futuros poder-se-iam abordar os seguintes temas:

- Repetir os ensaios realizados, avaliando a sua repetibilidade;
- Estudar o comportamento tribológico dos compósitos de PEEK, por serem os materiais com mais presença na indústria;
- Estudar a evolução do coeficiente de atrito ao longo dos ensaios;
- Estudar outros pares tribológicos com o PEEK;
- Estudar a influência da temperatura das superfícies de contacto do par tribológico PEEK-Aço;
- Estudar o efeito da variação da rugosidade de contrafaces de aço em PEEK;
- Estudar o efeito da lubrificação sobre a rugosidade das superfícies em contacto;
- Estudar o comportamento do PEEK em torno de valores pv.

Bibliografia

- [1] I. V. Panayotov, V. Orti, F. Cuisinier, and J. Yachouh, "Polyetheretherketone (PEEK) for medical applications," *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, vol. 27, no. 7, 2016.
- [2] C. J. Sheppard, "Scanning optical microscopy," *Advances in Imaging and Electron Physics*, vol. 213, pp. 227–235, 2020.
- [3] A. Horovistiz, S. Laranjeira, and J. P. Davim, "3-D reconstruction by extended depth-of-field in tribological analysis: Fractal approach of sliding surface in Polyamide66 with glass fiber reinforcement," *Polymer Testing*, vol. 73, no. November 2018, pp. 178–185, 2019.
- [4] H. P. Jost, "Tribology - Origin and future," *Wear*, vol. 136, no. 1, pp. 1–17, 1990.
- [5] V. A. Vojtov and B. M. Tsymbal, "Study of Tribological Characteristics of Compatible Materials in Tribosystems of Extruders for Manufacturing Solid Fuel from Biomass," *Journal of Friction and Wear*, vol. 39, no. 6, pp. 500–504, 2018.
- [6] G. W. Stachowiak, "How tribology has been helping us to advance and to survive," *Friction*, vol. 5, no. 3, pp. 233–247, 2017.
- [7] K. Friedrich, Z. Lu, and A. M. Häger, "Overview on polymer composites for friction and wear application," *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, vol. 19, no. 1, pp. 1–11, 1993.
- [8] P. J. BLAU, *Friction science and technology*. USA.: Taylor & Francis, USA., 2009.
- [9] M. R. Kashani, E. Behazin, and A. Fakhar, "Construction and evaluation of a new tribometer for polymers," *Polymer Testing*, vol. 30, no. 3, pp. 271–276, 2011.
- [10] W. Wu, P. Geng, G. Li, D. Zhao, H. Zhang, and J. Zhao, "Influence of layer thickness and raster angle on the mechanical properties of 3D-printed PEEK and a comparative mechanical study between PEEK and ABS," *Materials*, vol. 8, no. 9, pp. 5834–5846, 2015.
- [11] M. Vaezi and S. Yang, "Extrusion-based additive manufacturing of PEEK for biomedical applications," *Virtual and Physical Prototyping*, vol. 10, no. 3, pp. 123–135, 2015.
- [12] F. Wang and J. Roovers, "Functionalization of Poly(aryl ether ether ketone) (PEEK): Synthesis and Properties of Aldehyde and Carboxylic Acid Substituted PEEK," *Macromolecules*, vol. 26, no. 20, pp. 5295–5302, 1993.

- [13] J. C. Seferis, "Polyetheretherketone (PEEK): Processing-structure and properties studies for a matrix in high performance composites," *Polymer Composites*, vol. 7, no. 3, pp. 158–169, 1986.
- [14] J. R. Sarasua, P. M. Remiro, and J. Pouyet, "The mechanical behaviour of PEEK short fibre composites," *Journal of Materials Science*, vol. 30, no. 13, pp. 3501–3508, 1995.
- [15] G. Ierardo, V. Luzzi, M. Lesti, I. Voza, O. Brugnoletti, A. Polimeni, and M. Bossù, "Peek polymer in orthodontics: A pilot study on children," *Journal of Clinical and Experimental Dentistry*, vol. 9, no. 10, pp. e1271–e1275, 2017.
- [16] D. Garcia-Gonzalez, A. Rusinek, T. Jankowiak, and A. Arias, "Mechanical impact behavior of polyether-ether-ketone (PEEK)," *Composite Structures*, vol. 124, pp. 88–99, 2015.
- [17] M. Sumer, H. Unal, and A. Mimaroglu, "Evaluation of tribological behaviour of PEEK and glass fibre reinforced PEEK composite under dry sliding and water lubricated conditions," *Wear*, vol. 265, no. 7-8, pp. 1061–1065, 2008.
- [18] B. J. Briscoe and S. K. Sinha, "Wear of polymers," *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part J: Journal of Engineering Tribology*, vol. 216, no. 6, pp. 401–413, 2002.
- [19] B. J. Briscoe, "The Influeni Rotatina Mc," no. 80, pp. 5–9, 1981.
- [20] H. Fu, B. Liao, F. Juan Qi, B. Chen Sun, A. Ping Liu, and D. Liang Ren, "The application of PEEK in stainless steel fiber and carbon fiber reinforced composites," *Composites Part B: Engineering*, vol. 39, no. 4, pp. 585–591, 2008.
- [21] K. Friedrich, Z. Lu, and A. M. Hager, "Recent advances in polymer composites' tribology," *Wear*, vol. 190, no. 2, pp. 139–144, 1995.
- [22] G. Zhang, C. Zhang, P. Nardin, W. Y. Li, H. Liao, and C. Coddet, "Effects of sliding velocity and applied load on the tribological mechanism of amorphous poly-ether-ether-ketone (PEEK)," *Tribology International*, vol. 41, no. 2, pp. 79–86, 2008.
- [23] H. Voss and K. Friedrich, "The wear behaviour composites," *Wear*, vol. 116, no. 1, pp. 1–18, 1987.
- [24] G. Zhang, H. Yu, C. Zhang, H. Liao, and C. Coddet, "Temperature dependence of the tribological mechanisms of amorphous PEEK (polyetheretherketone) under dry sliding conditions," *Acta Materialia*, vol. 56, no. 10, pp. 2182–2190, 2008.
- [25] G. Petropoulos, F. Mata, and J. P. Davim, "Statistical study of surface roughness in turning of peek composites," *Materials and Design*, vol. 29, no. 1, pp. 218–223, 2008.
- [26] K. Friedrich, J. Karger-Kocsis, and Z. Lu, "Effects of steel counterface roughness and temperature on the friction and wear of PE(E)K composites under dry sliding conditions," *Wear*, vol. 148, no. 2, pp. 235–247, 1991.

- [27] G. Zhang, B. Wetzel, and Q. Wang, "Tribological behavior of PEEK-based materials under mixed and boundary lubrication conditions," *Tribology International*, vol. 88, pp. 153–161, 2015.
- [28] J. Bijwe and Nidhi, "Potential of fibers and solid lubricants to enhance the tribotility of PEEK in adverse operating conditions," *Industrial Lubrication and Tribology*, vol. 59, no. 4, pp. 156–165, 2007.
- [29] Y. Yamamoto and M. Hashimoto, "Friction and wear of water lubricated PEEK and PPS sliding contacts Part 2. Composites with carbon or glass fibre," *Wear*, vol. 257, no. 1-2, pp. 181–189, 2004.
- [30] G. Tatsumi, M. Ratoi, Y. Shitara, K. Sakamoto, and B. G. Mellor, "Effect of organic friction modifiers on lubrication of PEEK-steel contact," *Tribology International*, vol. 151, no. April, p. 106513, 2020.
- [31] X. Pei and K. Friedrich, "Sliding wear properties of PEEK, PBI and PPP," *Wear*, vol. 274-275, pp. 452–455, 2012.
- [32] L. Lin, X. Q. Pei, R. Bennewitz, and A. K. Schlarb, "Friction and wear of PEEK in continuous sliding and unidirectional scratch tests," *Tribology International*, vol. 122, no. February, pp. 108–113, 2018.
- [33] R. Tutika, S. H. Zhou, R. E. Napolitano, and M. D. Bartlett, "Mechanical and Functional Tradeoffs in Multiphase Liquid Metal, Solid Particle Soft Composites," *Advanced Functional Materials*, vol. 28, no. 45, pp. 1–13, 2018.
- [34] K. D. Agarwal, Lawrence J. Broutman, *Analysis and Performance of Fiber Composites*. 2018 John Wiley & Sons, Inc., 2017.
- [35] E. Z. Li, W. L. Guo, H. D. Wang, B. S. Xu, and X. T. Liu, "Research on tribological behavior of PEEK and glass fiber reinforced PEEK composite," *Physics Procedia*, vol. 50, no. October 2012, pp. 453–460, 2013.
- [36] R. Chandra, S. P. Singh, and K. Gupta, "Damping studies in fiber-reinforced composites - a review," *Composite Structures*, vol. 46, no. 1, pp. 41–51, 1999.
- [37] S. V. Joshi, L. T. Drzal, A. K. Mohanty, and S. Arora, "Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites?," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 35, no. 3, pp. 371–376, 2004.
- [38] M. S. EL-Wazery, M. I. EL-Elamy, and S. H. Zoalfakar, "Mechanical properties of glass fiber reinforced polyester composites," *International Journal of Applied Science and Engineering*, vol. 14, no. 3, pp. 121–131, 2017.
- [39] S. Chand, "Carbon fibers for composites," *Journal of Materials Science*, vol. 35, no. 6, pp. 1303–1313, 2000.
- [40] M. Altin Karataş and H. Gökkaya, "A review on machinability of carbon fiber reinforced polymer (CFRP) and glass fiber reinforced polymer (GFRP) composite materials," *Defence Technology*, vol. 14, no. 4, pp. 318–326, 2018.

- [41] M. Zalaznik, M. Kalin, S. Novak, and G. Jakša, “Effect of the type, size and concentration of solid lubricants on the tribological properties of the polymer PEEK,” *Wear*, vol. 364-365, pp. 31–39, 2016.
- [42] J. Deng, Y. Lian, Z. Wu, and Y. Xing, “Performance of femtosecond laser-textured cutting tools deposited with WS₂ solid lubricant coatings,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 222, pp. 135–143, 2013.
- [43] D. D. Chung, “Review: Graphite,” *Journal of Materials Science*, vol. 37, no. 8, pp. 1475–1489, 2002.
- [44] Z. Rasheva, G. Zhang, and T. Burkhart, “A correlation between the tribological and mechanical properties of short carbon fibers reinforced PEEK materials with different fiber orientations,” *Tribology International*, vol. 43, no. 8, pp. 1430–1437, 2010.
- [45] Z. P. Lu and K. Friedrich, “On sliding friction and wear of PEEK and its composites,” *Wear*, vol. 181-183, no. PART 2, pp. 624–631, 1995.
- [46] Y. Yamamoto and M. Hashimoto, “Friction and wear of water lubricated PEEK and PPS sliding contacts Part 2. Composites with carbon or glass fibre,” *Wear*, vol. 257, no. 1-2, pp. 181–189, 2004.
- [47] M. Kalin, M. Zalaznik, and S. Novak, “Wear and friction behaviour of poly-ether-ether-ketone (PEEK) filled with graphene, WS₂ and CNT nanoparticles,” *Wear*, vol. 332-333, pp. 855–862, 2015.
- [48] J. Bijwe, S. Sen, and A. Ghosh, “Influence of PTFE content in PEEK-PTFE blends on mechanical properties and tribo-performance in various wear modes,” *Wear*, vol. 258, no. 10, pp. 1536–1542, 2005.
- [49] Y. Shang, Y. Zhao, Y. Liu, Y. Zhu, Z. Jiang, and H. Zhang, “The effect of micron-graphite particle size on the mechanical and tribological properties of PEEK Composites,” *High Performance Polymers*, vol. 30, no. 2, pp. 153–160, 2018.
- [50] M. Coster, X. Arnould, J. L. Chermant, L. Chermant, and T. Chartier, “The use of image analysis for sintering investigations: The example of CeO₂ doped with TiO₂,” *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 25, no. 15, pp. 3427–3435, 2005.
- [51] I. H. Hussein and M. Raad, “Once Upon a Microscopic Slide: The Story of Histology,” *Journal of Cytology & Histology*, vol. 06, no. 06, 2015.
- [52] G. Sluder and D. E. Wolf, *Digital Microscopy*. 2013, 2007, 2003, 1998 Elvesier Inc., 2013.
- [53] A. Cawkell, “Image Processing • Image Processing,” *Information Services & Use*, vol. 11, no. 1991, pp. 33–34, 2008.
- [54] C. A. Schneider, W. S. Rasband, and K. W. Eliceiri, “NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis,” *Nature Methods*, vol. 9, no. 7, pp. 671–675, 2012.

- [55] A. G. Valdecasas, D. Marshall, J. M. Becerra, and J. J. Terrero, "On the extended depth of focus algorithms for bright field microscopy," *Micron*, vol. 32, no. 6, pp. 559–569, 2001.
- [56] B. Chen, S. Berretta, K. Evans, K. Smith, and O. Ghita, "A primary study into graphene/polyether ether ketone (PEEK) nanocomposite for laser sintering," *Applied Surface Science*, vol. 428, pp. 1018–1028, 2018.
- [57] X. Zhang, Y. Xu, and R. L. Jackson, "An analysis of generated fractal and measured rough surfaces in regards to their multi-scale structure and fractal dimension," *Tribology International*, vol. 105, no. September 2016, pp. 94–101, 2017.
- [58] Y. Feng and Y. Liu, "Fractal dimension as an indicator for quantifying the effects of changing spatial scales on landscape metrics," *Ecological Indicators*, vol. 53, pp. 18–27, 2015.
- [59] A. Horovistiz, S. Laranjeira, and J. P. Davim, "Influence of sliding velocity on the tribological behavior of PA66GF30 and PA66 + MoS2: an analysis of morphology of sliding surface by digital image processing," *Polymer Bulletin*, vol. 75, no. 11, pp. 5113–5131, 2018.
- [60] C. Q. Yuan, J. Li, X. P. Yan, and Z. Peng, "The use of the fractal description to characterize engineering surfaces and wear particles," *Wear*, vol. 255, no. 1-6, pp. 315–326, 2003.
- [61] S. D'Ercole, L. Cellini, S. Pilato, S. Di Lodovico, G. Iezzi, A. Piattelli, and M. Petrini, "Material characterization and Streptococcus oralis adhesion on Polyetheretherketone (PEEK) and titanium surfaces used in implantology," *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, vol. 31, no. 10, 2020.
- [62] M. Flanagan, D. M. Grogan, J. Goggins, S. Appel, K. Doyle, S. B. Leen, and C. M. Ó Brádaigh, "Permeability of carbon fibre PEEK composites for cryogenic storage tanks of future space launchers," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 101, pp. 173–184, 2017.
- [63] S. W. Ha, A. Gisep, J. Mayer, E. Wintermantel, H. Gruner, and M. Wieland, "Topographical characterization and microstructural interface analysis of vacuum-plasma-sprayed titanium and hydroxyapatite coatings on carbon fibre-reinforced poly(etheretherketone)," *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, vol. 8, no. 12, pp. 891–896, 1997.
- [64] M. Q. Zhang, Z. P. Lu, and K. Friedrich, "On the wear debris of polyetheretherketone: Fractal dimensions in relation to wear mechanisms," *Tribology International*, vol. 30, no. 2, pp. 87–102, 1997.
- [65] A. Calik, O. Sahin, and N. Ucar, "Mechanical properties of boronized AISI 316, AISI 1040, AISI 1045 and AISI 4140 steels," *Acta Physica Polonica A*, vol. 115, no. 3, pp. 694–698, 2009.
- [66] Y. Meng, J. Deng, Y. Zhang, S. Wang, X. Li, H. Yue, and D. Ge, "Tribological properties of textured surfaces fabricated on AISI 1045 steels by ultrasonic surface

- rolling under dry reciprocating sliding,” *Wear*, vol. 460-461, no. June, p. 203488, 2020.
- [67] J. K. Choi, K. S. Park, and S. S. Lee, “Prediction of High-Frequency Induction Hardening Depth of an AISI 1045 Specimen by Finite Element Analysis and Experiments,” *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing*, vol. 19, no. 12, pp. 1821–1827, 2018.
- [68] B. Rodrigues, *Bruno Rafael Boaventura Rodrigues PROJETO E FABRICO DE UM TRIBÓMETRO BLOCO – DISCO*. PhD thesis, Universidade de Aveiro, 2016.
- [69] X. Q. Pei, R. Bennewitz, and A. K. Schlarb, “Mechanisms of friction and wear reduction by carbon fiber reinforcement of PEEK,” *Tribology Letters*, vol. 58, no. 3, 2015.
- [70] R. Hernando, J. L. Fernández-Marchena, J. C. Willman, A. Ollé, J. M. Vergès, and M. Lozano, “Exploring the utility of optical microscopy versus scanning electron microscopy for the quantification of dental microwear,” *Quaternary International*, vol. 569-570, no. May, pp. 5–14, 2020.

Apêndice A

Ficha técnica do material
KETRON® PEEK 1000.



PLÁSTICOS DE ALTA PERFORMANCE

KETRON® PEEK 1000

Plástico semi-cristalino, o KETRON® PEEK 1000 é produzido a partir de resina de polietere tercetona virgem e oferece a mais alta tenacidade e resistência ao impacto de todos os tipos de Ketron® PEEK. Tanto o KETRON® PEEK 1000 natural como o preto podem ser esterilizados por todos os métodos convencionais de esterilização (vapor, calor seco, óxido de etileno e irradiação gama). A composição das matérias-primas usadas para o fabrico do KETRON® PEEK 1000 também está em conformidade FDA para materiais plásticos e peças destinadas ao contacto com alimentos.



PRINCIPAIS CARACTERÍSTICAS

- Elevada temperatura máxima de serviço ao ar (250° C em contínuo e 310°C por curtos períodos)
- Alta resistência mecânica, rigidez e resistência à fluência, também a temperaturas elevadas
- Excelente resistência a produtos químicos e hidrólise
- Excelente resistência ao desgaste e comportamento friccional
- Muito boa estabilidade dimensional
- Excelente resistência a radiação de alta energia (raios gama e raios X)
- Boas propriedades de isolamento elétrico e dielétricas
- Bom substituto do PTFE quando a capacidade de carga mecânica é maior ou quando é necessária resistência superior ao desgaste

APLICAÇÕES

- Componentes metálicos
- Componentes de bombas
- Sedes de válvulas
- Rolamentos
- Rolos
- Engrenagens
- Isoladores de altas temperaturas
- Componentes expostos a água a ferver ou vapor



*uso contínuo (20.000h)

Todos os valores apresentados são meramente indicativos, a Polytenema Lda. não se responsabiliza pela utilização dos materiais sem consulta ao nosso departamento técnico.

PLÁSTICOS DE ALTA PERFORMANCE
FICHA TÉCNICA

| PROPRIEDADES | MÉTODOS DE TESTE | UNIDADES | KETRON® PEEK 1000 |
|--|-------------------|-------------------|------------------------|
| COR | - | - | BEIJE/PRETO |
| DENSIDADE | ISO 1183-1 | g/cm ³ | 1,31 |
| ABSORÇÃO DE ÁGUA | | | |
| APÓS 24/96H DE IMERSÃO EM ÁGUA A 23°C ⁽¹⁾ | ISO 62 | mg | 5/10 |
| APÓS 24/96H DE IMERSÃO EM ÁGUA A 23°C ⁽¹⁾ | ISO 62 | % | 0.06/0.12 |
| NA SATURAÇÃO DO AR A 23°C / 50% RH | - | % | 0.20 |
| NA SATURAÇÃO DA ÁGUA A 23°C | - | % | 0.45 |
| PROPRIEDADES TÉRMICAS | | | |
| TEMPERATURA DE FUSÃO (DSC, 10°C/MIN) | ISO 11357-1/-3 | °C | 340 |
| TEMPERATURA DE TRANSIÇÃO DE VIDRO (DSC, 20°C/MIN) ⁽²⁾ | ISO 11357-1/-2 | °C | - |
| CONDUTIVIDADE TÉRMICA A 23°C | - | W/(K.m) | 0.25 |
| COEFICIENTE DE EXPANSÃO TÉRMICA LINEAR | | | |
| VALOR MÉDIO ENTRE 23-100°C | - | mv/(m.K) | 50 x 10 ⁻⁶ |
| VALOR MÉDIO ENTRE 23-150°C | - | mv/(m.K) | 55 x 10 ⁻⁶ |
| VALOR ACIMA DE 150°C | - | mv/(m.K) | 130 x 10 ⁻⁶ |
| TEMPERATURA DE DEFORMAÇÃO SOB CARGA | | | |
| MÉTODO A 1,8 MPA | ISO 75-1/-2 | °C | 160 |
| TEMPERATURA MÁXIMA DE SERVIÇO NO AR | | | |
| PARA CURTOS PERÍODOS ⁽³⁾ | - | °C | 310 |
| CONTINUAMENTE (MÍNIMO DE 20.000H) ⁽⁴⁾ | - | °C | 250 |
| TEMPERATURA MÍNIMA DE SERVIÇO ⁽⁵⁾ | - | °C | -50 |
| INFLAMABILIDADE⁽⁶⁾ | | | |
| ÍNDICE DE OXIGÉNIO ⁽⁷⁾ | ISO 4589-1/-2 | % | 35 |
| DE ACORDO COM UL94 (1,5/3MM DE ESPESSURA) | - | - | V-0/V-0 |
| PROPRIEDADES DE MECÂNICAS A 23°C⁽⁸⁾ | | | |
| TESTE À TRAÇÃO⁽⁹⁾ | | | |
| RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NO ESCOAMENTO/RUTURA | ISO 527-1/-2 | MPa | 115/- |
| RESISTÊNCIA À TRAÇÃO ⁽¹⁰⁾ | ISO 527-1/-2 | MPa | 115 |
| RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NA RUTURA ⁽¹¹⁾ | ISO 527-1/-2 | % | 17 |
| MÓDULO DE ELASTICIDADE ⁽¹²⁾ | ISO 527-1/-2 | MPa | 4300 |
| TESTE DE COMPRESSÃO⁽¹³⁾ | | | |
| RESISTÊNCIA A 1/2/5% DE DEFORMAÇÃO NOMINAL ⁽¹⁴⁾ | ISO 604 | MPa | 38/75/140 |
| RESISTÊNCIA AO IMPACTO DE CHARPY NÃO ENTALHADO ⁽¹⁵⁾ | ISO 179-1/1eU | KJ/m ² | ≥/ FRATURA |
| RESISTÊNCIA AO IMPACTO DE CHARPY ENTALHADO | ISO 179-1/1eA | KJ/m ² | 3,5 |
| DUREZA POR BOLA DE AÇO ⁽¹⁶⁾ | ISO 2039-1 | N/mm ² | 210 |
| DUREZA DE ROCKWELL ⁽¹⁷⁾ | ISO 2039-2 | - | M 105 |
| PROPRIEDADES ELÉTRICAS A 23°C | | | |
| RIGIDEZ DIELÉTRICA ⁽¹⁸⁾ | IEC 60243-1 | kV/mm | 24 |
| RESISTIVIDADE VOLUMÉTRICA | IEC 60093 | Ωm.cm | > 10 ¹⁴ |
| RESISTIVIDADE SUPERFICIAL | ANSI/ISO STM 1111 | Ωm/sq. | > 10 ¹² |
| PERMITIVIDADE RELATIVA ε': A 100HZ | IEC 60250 | - | 3.2 |
| PERMITIVIDADE RELATIVA ε': A 1MHZ | IEC 60250 | - | 3.2 |
| FATOR DE DISSIPACÃO DIELÉTRICA TAN δ: A 100HZ | IEC 60250 | - | 0.001 |
| FATOR DE DISSIPACÃO DIELÉTRICA TAN δ: A 1MHZ | IEC 60250 | - | 0.002 |
| ÍNDICE DE SEGUIMENTO COMPARATIVO (CTI) | IEC 60112 | - | 150 |

NOTA: 1 g/cm³ = 1000 kg/m³; 1 MPa = 1 N/mm²; 1 kV/mm = 1 MV/m

(1) De acordo com o método 1 do iso 62 e feito em discos a 50x3 mm (2) Os valores desta propriedade são apenas atribuídos a materiais amorfos e não a semi-cristalinos (3) Só para períodos de exposição curtos (algumas horas) em aplicações onde sobre o material, são aplicadas somente cargas muito baixas. (4) Temperatura a que resiste durante um período mínimo de 20.000 horas. Após este período de tempo, há um decréscimo de cerca de 50% na resistência à tração, comparado com o valor original. Os valores da temperatura dados são baseados na degradação por oxidação térmica que provoca uma redução das propriedades. No entanto, a temperatura máxima de serviço permitível depende, em muitos casos, essencialmente da dedução e da magnitude dos esforços mecânicos a que o material é sujeito. (5) Dado que a resistência ao impacto diminui com a diminuição da temperatura, a temperatura mínima de serviço permitida é determinado pela extensão de impacto ao qual o material é sujeito. Os valores dados são baseados em condições de impacto desfavoráveis e não podem consequentemente ser considerados como sendo os limites absolutos. (6) Estas avaliações derivam das especificações técnicas dos fabricantes das matérias-primas, não permitindo determinar o comportamento dos materiais sob condições de fogo. Não dispõe de nenhum cartão amarelo ul para estes formatos. (7) A maioria das figuras dadas pelas propriedades mecânicas dos materiais extrudidos, são valores médios dos testes feitos a espécimes maquinados com e=40-60 mm. À exceção dos testes de dureza, os melhores espécimes foram tomados de uma área entre o diâmetro do centro e o exterior, com o seu comprimento no sentido longitudinal (paralelo ao sentido da extrusão). (8) Teste a espécimes: tipo 1b. (9) Teste de velocidade: 5 ou 50 mm/min. (10) Teste de velocidade: 1 mm/min. (11) Teste a espécimes: cilindros e 8x16 mm. (12) Pêndulo usado: ul. (13) Teste em espécimes com 10 mm de espessura. (14) Teste em espécimes com 3 mm de espessura.

A força elétrica do Ketron PEEK 1000 (preto) Ppsu 1000 preto podem ser consideravelmente mais baixos que as figuras listadas na tabela que refere materiais não pretos. É necessário ter em conta que os valores das propriedades da compressão moldada das ligas Duratron 4503 PPE e 4501 PPE podem diferir significativamente.

Apêndice B

Manual de utilização do tribômetro.

MANUAL DE UTILIZAÇÃO TRIBÓMETRO BLOCO SOBRE DISCO

Introdução

Este manual destina-se a informar o utilizador do modo de funcionamento do tribómetro bloco sobre disco (Fig.1) de uma forma simplificada, apresentando todos os passos para a realização dos ensaios. É adaptado do manual de Rodrigues (2016).



Figura 1 - Tribómetro bloco sobre disco

Os principais parâmetros (a ser variados) utilizados são:

- Velocidade de rotação:
 - Varia desde 0 até um máximo de 1450 RPM, corresponde a 3,7m/s.
- Carga:
 - Com barra: varia desde 15N até ao máximo de 178N (na amostra) quando utilizados todos os pesos disponíveis.
 - Sem barra: para cargas pequenas pode optar por excluir o sistema com barra o que permite uma carga mínima de 1,1N.

Procedimento experimental

1. Ligar as tomadas do equipamento (tomada variador e tomada de comando-placa).
2. Ligar o botão start e regular a velocidade, através do potenciómetro, para a desejada. Observar a velocidade atual no LCD (Fig.2).



Figura 2-Sistema de comando (Verde- LCD; Laranja-potenciómetro; vermelho-botão de start).

3. Desligar o botão start, mantendo o potenciômetro na posição do passo anterior.
4. Colocar o disco no devido lugar (Fig.3).
5. Colocar a amostra no devido suporte e montar o sistema (Fig.4).
6. Colocar os pesos desejados na barra (Fig.5).
7. Ligar novamente o botão start sem exercer pressão na amostra.
8. Após o motor estar na devida rotação, aplicar a carga de uma vez e iniciar a contagem (cronómetro).
9. Quando chegar ao tempo de teste necessário, desligar novamente o botão start.

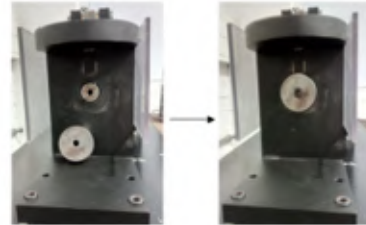


Figura 3 -Posicionamento do disco no veio.

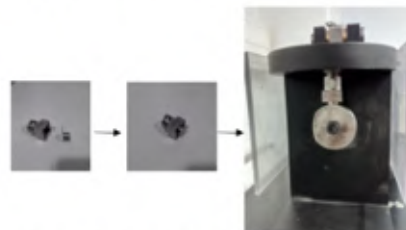


Figura 4 -Colocação da amostra.

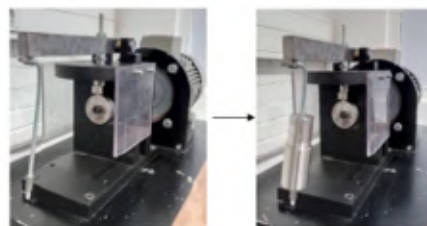


Figura 5 -Colocação dos pesos.

Notas finais

- ✓ Neste tribómetro, a determinação do desgaste é dada pela perda de massa da amostra o que significa que é necessário pesar a amostra antes e depois do ensaio.
- ✓ Existe uma pequena luz LED ao lado do LCD (Fig.2) relacionada com a rotação do motor. Sempre que este conclui uma volta a luz muda de estado nesse instante.
- ✓ No caso de a marcação do valor da massa de cada peso desaparecer, estes podem ser distinguidos da seguinte forma:
 - Relativamente aos maiores (os mais largos) distinguem-se pelo chanfro. Aquele que apresenta chanfro menor corresponde a 1,675kg, sendo outro de 1,640kg.
 - Relativamente aos mais pequenos distinguem-se pela altura. Sendo que 0,357Kg corresponde ao mais alto e 0,158kg ao mais baixo, logo o intermédio é de 0,330kg.

Cargas possíveis

| Pesos | Massa (Kg) | Sem barra [N] | Com barra [N] |
|----------------|------------|---------------|---------------|
| P1 | 0.158 | 2.649 | 21.790 |
| P2 | 0.330 | 4.336 | 28.540 |
| P3 | 0.357 | 4.601 | 29.599 |
| P1+P2 | 0.488 | 5.886 | 34.740 |
| P1+P3 | 0.515 | 6.151 | 35.799 |
| P2+P3 | 0.687 | 7.838 | 42.548 |
| P1+P2+P3 | 0.845 | 9.388 | 48.748 |
| P4 | 1.640 | 17.187 | 79.944 |
| P5 | 1.675 | 17.530 | 81.318 |
| P1+P4 | 1.798 | 18.737 | 86.144 |
| P1+P5 | 1.833 | 19.080 | 87.517 |
| P2+P4 | 1.970 | 20.424 | 92.893 |
| P3+P4 | 1.997 | 20.689 | 93.953 |
| P2+P5 | 2.005 | 20.768 | 94.267 |
| P3+P5 | 2.032 | 21.033 | 95.326 |
| P1+P2+P4 | 2.128 | 21.974 | 99.093 |
| P1+P3+P4 | 2.155 | 22.239 | 100.153 |
| P1+P2+P5 | 2.163 | 22.318 | 100.467 |
| P1+P3+P5 | 2.190 | 22.583 | 101.526 |
| P2+P3+P4 | 2.327 | 23.927 | 106.902 |
| P2+P3+P5 | 2.362 | 24.270 | 108.275 |
| P1+P2+P3+P4 | 2.485 | 25.477 | 113.102 |
| P1+P2+P3+P5 | 2.520 | 25.820 | 114.475 |
| P4+P5 | 3.315 | 33.619 | 145.671 |
| P1+P4+P5 | 3.473 | 35.169 | 151.871 |
| P2+P4+P5 | 3.645 | 36.856 | 158.620 |
| P3+P4+P5 | 3.672 | 37.121 | 159.680 |
| P1+P2+P4+P5 | 3.803 | 38.406 | 164.820 |
| P1+P3+P4+P5 | 3.830 | 38.671 | 165.880 |
| P2+P3+P4+P5 | 4.002 | 40.358 | 172.629 |
| P1+P2+P3+P4+P5 | 4.160 | 41.908 | 178.829 |

Apêndice C

Topografias das superfícies dos materiais estudados.

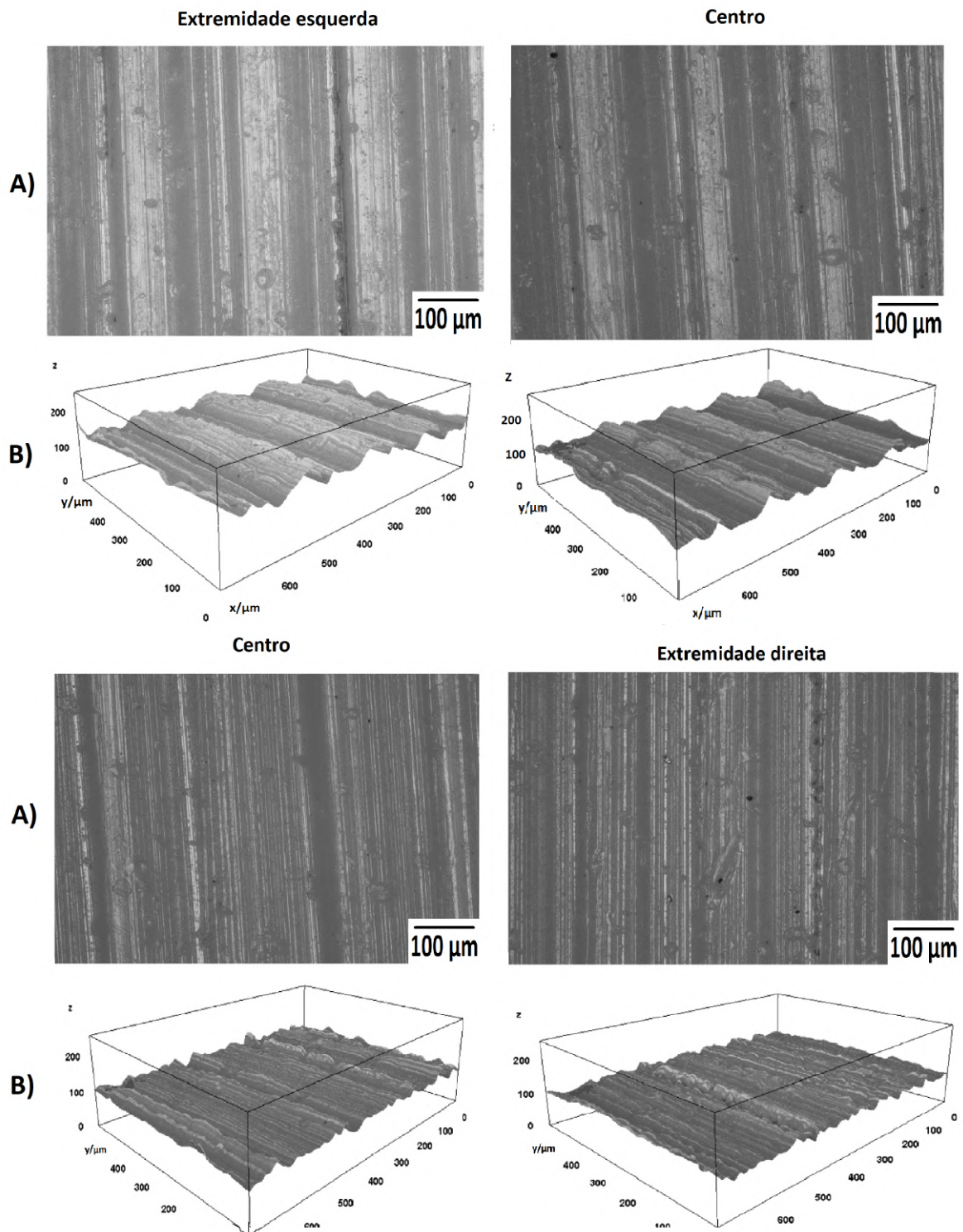


Figura C.1: Resultados obtidos pelo método "Extended Depth of Focus" para o ensaio nº 1, onde se dividiu a zona de contacto em 4 secções, para as condições de trabalho de 1m/s e 21,79N. A) é a imagem construída através dos pixels de maior foco e B) o mapa topográfico da respectiva imagem focada.

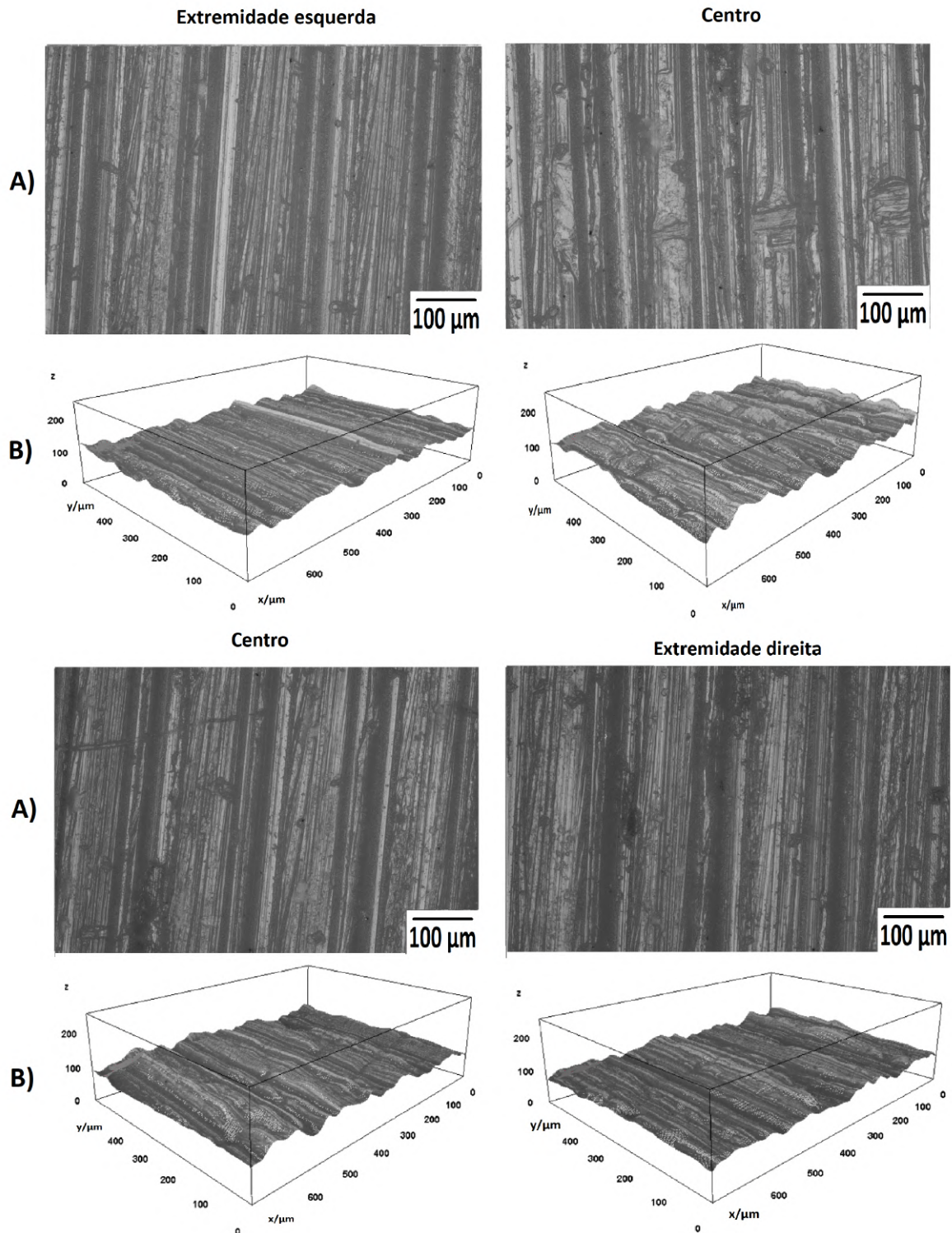


Figura C.2: Resultados obtidos pelo método "*Extended Depth of Focus*" para o ensaio n^o 2, onde se dividiu a zona de contacto em 4 secções, para as condições de trabalho de 1m/s e 21,79N. A) é a imagem construída através dos pixels de maior foco e B) o mapa topográfico da respectiva imagem focada.

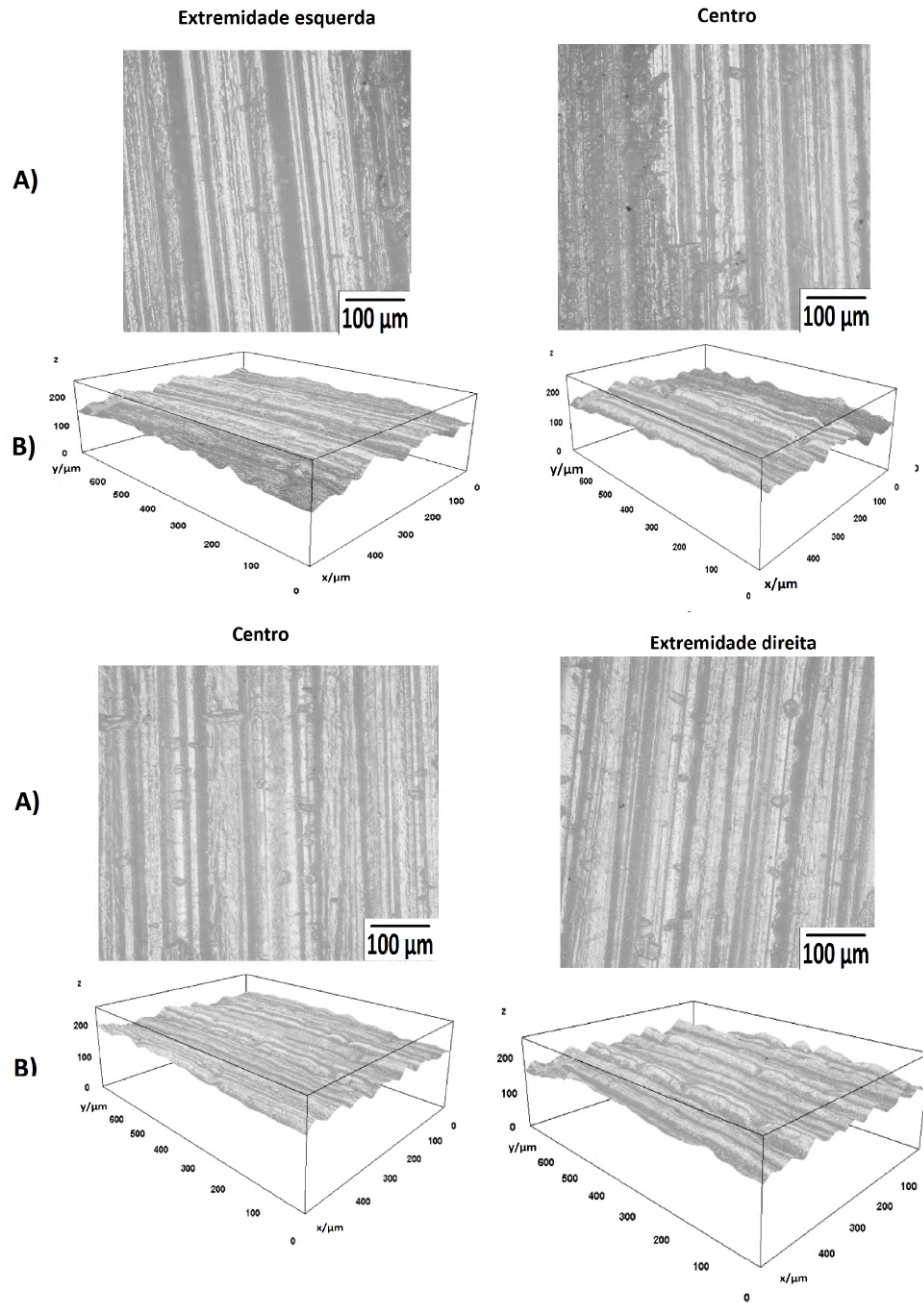


Figura C.3: Resultados obtidos pelo método "Extended Depth of Focus" para o ensaio nº 3, onde se dividiu a zona de contacto em 4 secções, para as condições de trabalho de 1m/s e 34,74N. A) é a imagem construída através dos pixels de maior foco e B) o mapa topográfico da respectiva imagem focada.

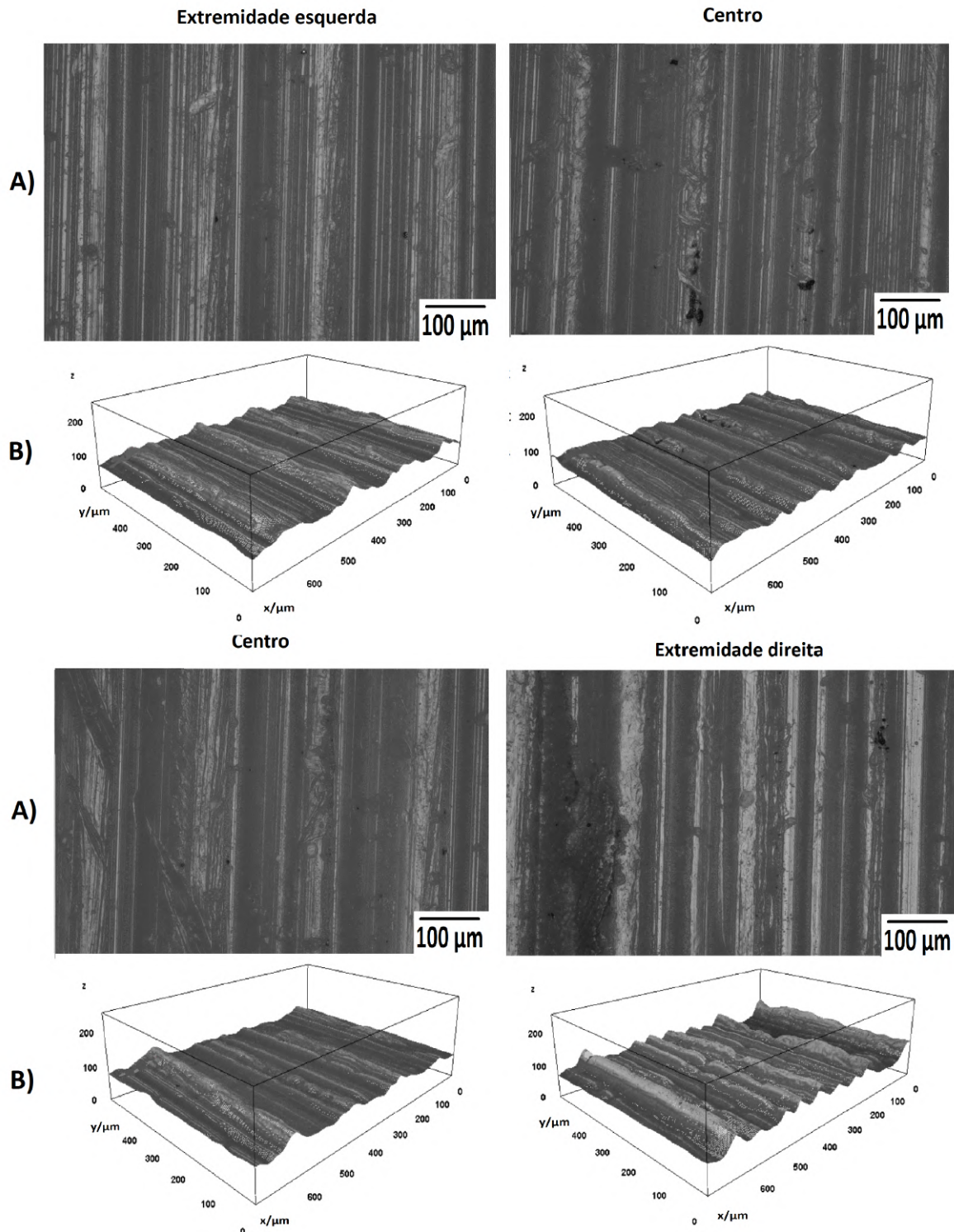


Figura C.4: Resultados obtidos pelo método "Extended Depth of Focus" para o ensaio n^o 4, onde se dividiu a zona de contacto em 4 secções, para as condições de trabalho de 0,5 m/s e 21,79N. A) é a imagem construída através dos pixels de maior foco e B) o mapa topográfico da respectiva imagem focada.

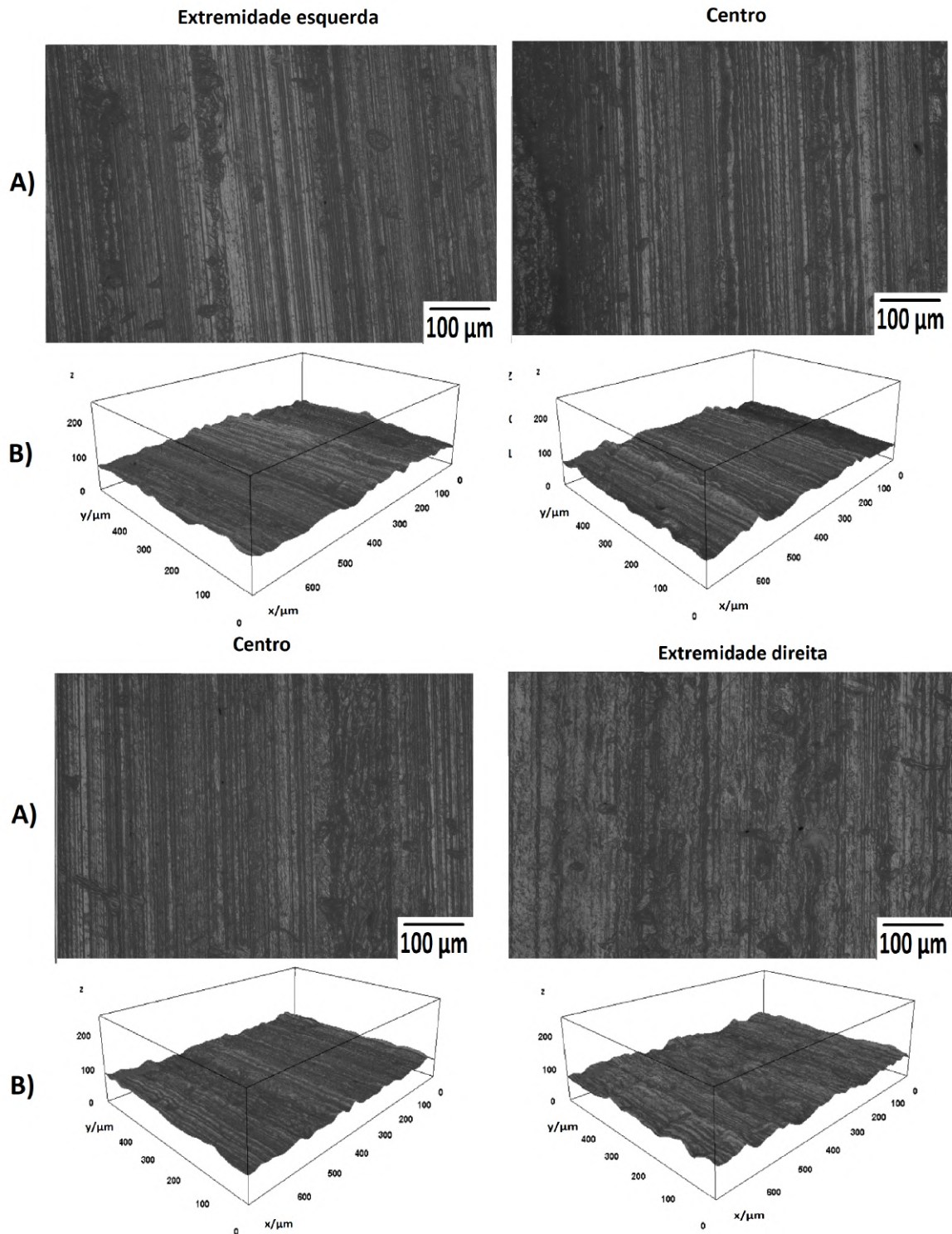


Figura C.5: Resultados obtidos pelo método "Extended Depth of Focus" para o ensaio n^o 5, onde se dividiu a zona de contacto em 4 secções, para as condições de trabalho de 0,5 m/s e 34,74N. A) é a imagem construída através dos pixels de maior foco e B) o mapa topográfico da respectiva imagem focada.

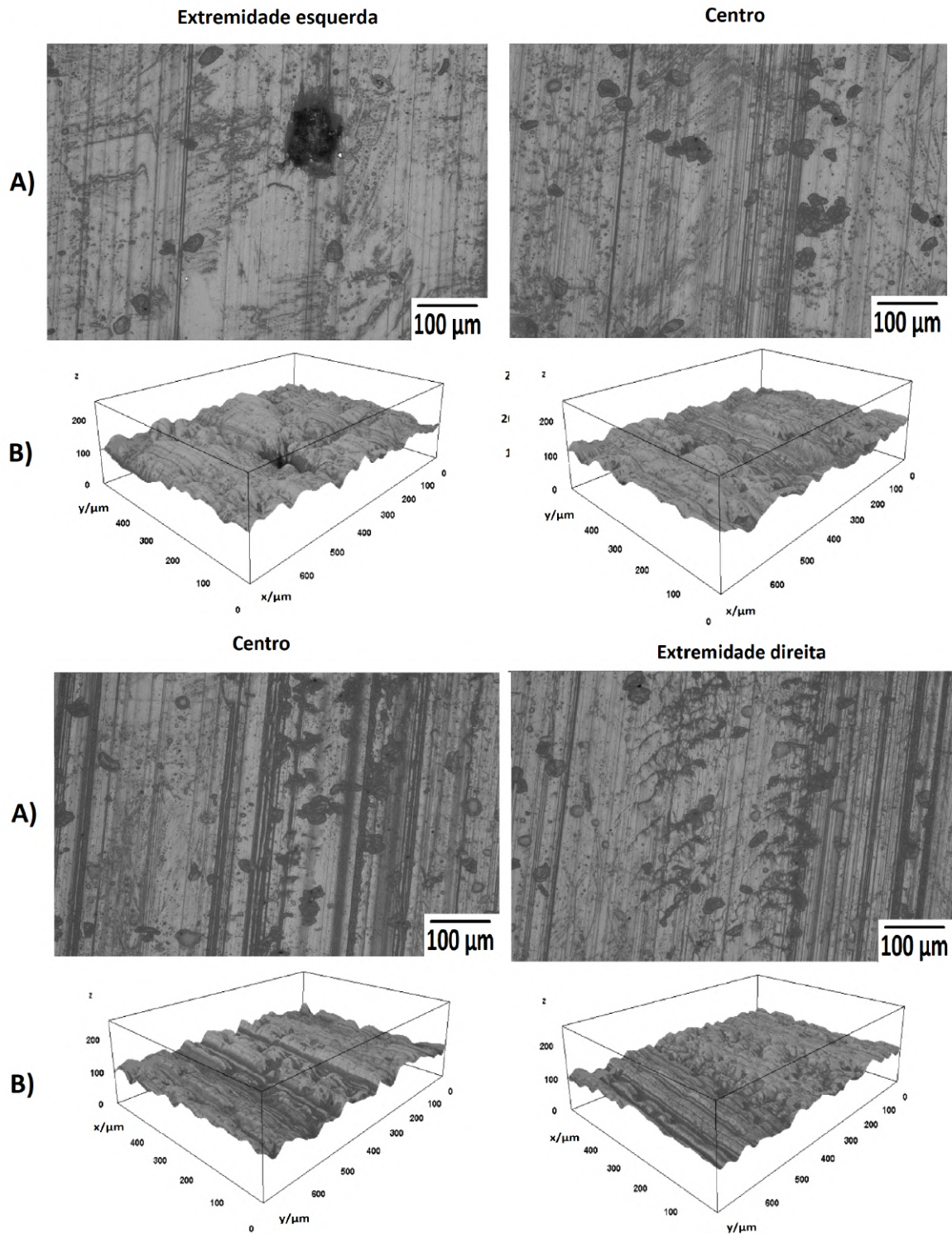


Figura C.6: Resultados obtidos pelo método "Extended Depth of Focus" para o ensaio n^o 6, onde se dividiu a zona de contacto em 4 secções, para as condições de trabalho de 0,5 m/s e 48,75N. A) é a imagem construída através dos pixeis de maior foco e B) o mapa topográfico da respectiva imagem focada.